



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 00133

(22) Data de depozit: 16/02/2011

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: 30/03/2016 BOPI nr. 3/2016

(41) Data publicării cererii:  
29/03/2013 BOPI nr. 3/2013

(73) Titular:

- 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, 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.1, SC.A, ET.2, AP.9, SINAIA, PH, RO;
- MARA ELEONORA-LUMINIȚA, STR.HUȘI NR.4, BL.B 35, SC.3, ET.1, AP.39, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- FRUTH-OPRIȘAN VICTOR, STR.PLANTELOR NR.14, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;

- TEODORESCU SAVA MIRCEA, CALEA VĂCĂREȘTI NR.220-224, BL.69 B, SC.2, ET.7, AP. 58, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- VASILESCU PAUL, DRUMUL TABEREI NR.101, BL.TD 14, SC.A, ET.5, AP.34, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- GAREA SORINA, STR.PRAȘILEI NR.8, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- BOMBOȘ DORIN, CALEA CRÂNGAȘI NR.9, BL.5, SC.1, ET.6, AP.30, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- IOVU HORIA, STR.MARIA TÂNASE NR.3, BL.13, SC.B, ET.4, AP.49, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- CIRIPOIU ANIȚA LAURA, CALEA CRÂNGAȘI NR.3, BL.2, SC.A, AP.36, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, 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

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
US 4894194; RO 114751 B; US 5772953

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



# RO 128205 B1

1 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  
3 cele de la centralele termice.

5 Din literatura de specialitate se cunosc mai multe metode de producere a spumelor  
ceramice.

7 Din brevetul **US 4803025** se cunoaște 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 (alumină, silice, oxid de magneziu etc.) și aditivi de udare, pentru a se  
9 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  
11 prin ardere, și se obține spuma ceramică. Metoda are dezavantajul unei mari diferențe de  
porozitate între centrul și suprafețele spumei (din cauza stoarcerii neuniforme).

13 Metoda arderii cu eliminarea unor agenți porogeni, rezultați din descompunerea unor  
lianți polimerici organici, precum hidroxipropilmetilceluloza, se cunoaște din brevetul  
15 **US 7858554**. Metoda are dezavantajul că porozitatea spumelor este foarte neomogenă.

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

19 Metoda de „gel casting” constă în prepararea unei suspensii apoase de oxizi anorga-  
nici ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  etc.), în care se află agenți de gelifiere și aditivi de spumare, care este  
21 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  
23 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  
25 Eng. Mat. Vol 434- 435, 2010 p. 79-80 și US 4894194**]. Aceste procedee au dezavantajul  
că folosesc drept comonomeri acrilamida sau metacrilamida, care sunt foarte periculoși, fiind  
27 cancerigeni și neurotoxici. Există și procedee care utilizează monomeri mai puțin toxici, pre-  
cum acidul acrilic [**Mehrdad Kokabi et al., J. Eur. Cer. Soc. 26, 2006, pp. 3083-3090**], dar,  
29 ca și în cazul monomerilor precedenți, sistemul de inițiere folosit are dezavantajul că necesită  
gelifierea la temperaturi de peste  $60^\circ\text{C}$ , fiind deci necesară încălzirea formelor și, în plus,  
31 structura și porozitatea sunt neomogene din cauza dimensiunii prea mari a oxizilor ceramici.

33 Problema tehnică pe care urmărește să o rezolve invenția constă în obținerea unor  
spume ceramice din micro și nanocompozite, cu uniformitate compozițională și structurală  
mare.

35 Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele procedeelelor menționate anterior  
prin aceea că oxizii ceramici de dimensiune micro sau nanometrică sau nanoporoși selectați  
37 dintre caolina brută, alumină, silice sau amestecuri ale acestora în diferite proporții, se dis-  
persează timp de 1...2 h în apă demineralizată, în prezență de poliacrilat de amoniu, soluție  
39 apoasă 20% de poliacrilat de amoniu adăugată în cantitate de 15...20% față de oxizii cera-  
mici, pentru a se forma, în final, o suspensie apoasă, în care se adaugă acid acrilic 15...35%  
41 față de oxizii ceramici, N, N' metilen *bis*-acrilamidă într-un raport de 1:20...60 față de acidul  
acrilic, soluție apoasă 2,0% de metabisulfat de sodiu cu o concentrație de metabisulfat de  
43 sodiu în suspensie de 0,2...0,6% față de acidul acrilic, soluție apoasă 2,0% de persulfat de  
potasiu cu o concentrație de persulfat de potasiu în suspensie de 0,2...0,6% față de acidul  
45 acrilic și, opțional, se poate adăuga o soluție apoasă 2,0% de sulfat feros cu o concentrație  
de sulfat feros în suspensie de 0,1...0,5% față de acidul acrilic, concentrația oxizilor ceramici,  
47 în suspensia finală, fiind de 40...50%, fără a se include monomerii, se amestecă totul energic  
timp de 2...8 min, după care suspensia se toarnă în forme și se lasă să gelifice timp de

# RO 128205 B1

|  |  |
|--|--|
| 2...10 min, la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, se mai lasă în aceleași condiții încă 60...80 min, pentru stabilizarea structurii, după care corpul crud se scoate din forme, se lasă să se preusuce în aer, la temperatura camerei timp de 20...24 h, și se pune într-o etuvă cu circulație de aer, la temperatura de 105...110°C, până la atingerea unei greutate constante, și apoi corpul uscat este introdus într-un cuptor aflat la temperatura de 22...30°C, ridicându-se apoi 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 h, după care se oprește încălzirea cuptorului și se lasă să se răcească în convecție naturală, până la temperatura de 25...30°C, când se scot din cuptor spumele ceramice obținute.  | 1<br>3<br>5<br>7<br>9  |
| 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;  | 11   |
| - 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;  | 13<br>15   |
| - permite dirijarea porozității spumei, în funcție de oxidul ceramic folosit, de cantitatea de monomeri din suspensia de gelifiere și de condițiile de lucru;  | 17   |
| - prezintă un pericol redus asupra sănătății salariaților sau asupra mediului înconjurător, deoarece nu se folosesc monomeri cancerigeni sau neurotoxici;  | 19   |
| - se reduc consumurile energetice și costurile de investiție deoarece gelifierea se realizează la temperatura camerei și, deci, nu este necesară încălzirea formelor.  | 21   |
| Se dau în continuare 10 exemple de realizare a invenției.  |  |
| <b>Exemplul 1</b>  | 23   |
| Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gâturi, se introduc 53 ml apă demineralizată, 6 ml de soluție apoasă 20% de poli-acrilat de amoniu (PA) (15% soluție față de caolină) 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 h. În suspensia obținută se adaugă 13,3 ml acid acrilic (AA) (35% față de caolină), 0,19 ml N, N' metilen <i>bis</i> -acrilamidă (MBAM) (1:60 față de AA), 1,4 ml soluție apoasă 2% de metabisulfid 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 caolină în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 40%. Se continuă agitarea în balon timp de 2 min, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei în contact cu atmosfera, timp de circa 2 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași condiții încă 60 min, 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 h, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 105°C, cântărindu-se din 4 în 4 h. 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 această valoare timp de 4 h. 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 având 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. | 25<br>27<br>29<br>31<br>33<br>35<br>37<br>39<br>41<br>43<br>45 |

## 1 Exemplul 2

Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gâturi, se introduc 37,6 ml apă demineralizată,  
10 ml de soluție apoasă 20% de PA (20% soluție față de caolină) și, sub agitare energică,  
50 g pulbere micrometrică de caolină brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm).  
Se lasă suspensia sub agitare energică, pentru dispersarea caolinei, timp de 2 h. În suspen-  
sia obținută se adaugă 7,1 ml AA (15% față de caolină), 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 min, după care suspen-  
sia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în  
contact cu atmosfera, timp de circa 10 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași con-  
diții încă 80 min, 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 h, după care se intro-  
duc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110°C, cântărindu-se din 4 în 4 h.  
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 această valoare timp de 3 h. Apoi se oprește  
încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când tempe-  
ratura în cuptor ajunge la 25°C, spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut  
spume ceramice având 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

Într-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 energică, 40 g  
silice nanoporoasă (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm, și cu diametrul mediu al parti-  
culelor sub 200 μm). Se lasă suspensia sub agitare energică, pentru dispersarea silicei, timp  
de 1 h. 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 min, după care  
suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura  
camerei, în contact cu atmosfera, timp de circa 4 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în  
aceleași condiții încă 60 min, 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 h,  
după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 105°C, cântă-  
rindu-se din 4 în 4 h. 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 h. 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

Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gături, 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 h. 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 min, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de circa 8 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 min, 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 h, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110°C, cântărindu-se din 4 în 4 h. 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 această valoare timp de 3 h. 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 având 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

Într-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 alumină) și, sub agitare energetică, 40 g nanopulbere de alumină (cu diametrul mediu al particulelor sub 200 nm). Se lasă suspensia sub agitare energetică, pentru dispersarea aluminei, timp de 1 h. În suspensia obținută se adaugă 13,3 ml AA (35% față de alumină), 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 alumină în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 40%. Se continuă agitarea în balon timp de 2 min, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de circa 2 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 min, 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 h, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 105°C, cântărindu-se din 4 în 4 h. 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 h. 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.

## 1 Exemplul 6

Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gâturi, se introduc 33,6 ml apă demineralizată,  
10 ml de soluție apoasă 20% de PA (20% soluție față de alumină) și, sub agitare energică,  
50 g micropulbere de alumină (cu diametrul mediu al particulelor 250 μm). Se lasă suspensia  
sub agitare energică, pentru dispersarea aluminei, timp de 2 h. În suspensia obținută se  
adaugă 11,9 ml AA (25% față de alumină), 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 alumină în  
suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 50%. Se continuă agitarea în balon timp  
de 4 min, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă  
la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de circa 6 min, pentru gelifiere, și apoi  
se lasă în aceleași condiții încă 60 min, 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 h,  
după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110°C, cântă-  
rindu-se din 4 în 4 h. 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 h. Apoi se oprește încălzirea cuptorului, și acesta se lasă să se răcească în con-  
vecție 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 mono-  
modală îngustă a porilor.

## Exemplul 7

Într-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 energică, 25 g micropulbere de alumină (cu diametrul mediu al particulelor sub  
250 μm) și 25 g micropulbere de caolină brută (cu diametrul mediu al particulelor sub  
350 μm). Se lasă suspensia sub agitare energică, pentru dispersarea oxizilor ceramici, timp  
de 2 h. 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 min, după care suspensia obținută se  
toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmos-  
fera, timp de circa 5 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 min,  
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 h, după care se introduc într-o etuvă cu  
circulație de aer cald, la temperatura de 105°C, cântărindu-se din 4 în 4 h. Atunci când dife-  
rența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2% față de cântă-  
rirea precedentă, corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzi-  
rea 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 h. 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**

Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gâturi, se introduc 50,0 ml apă demineralizată, 6 ml de soluție apoasă 20% de PA (15% soluție față de pulberi) și, sub agitare energică, 20 g nanopulbere de alumină (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 energică, pentru dispersarea oxizilor, timp de 1 h. 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 min, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de circa 4 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 min, 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 h, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110°C, cântărindu-se din 4 în 4 h. 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 h. 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**

Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gâturi, se introduc 50,0 ml apă demineralizată, 6 ml de soluție apoasă 20% de PA (15% soluție față de pulberi) și, sub agitare energică, 20 g micropulbere de caolină 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 energică, pentru dispersarea pulberilor, timp de 1 h. 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 min, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de circa 4 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 min, 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 h, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110°C, cântărindu-se din 4 în 4 h. 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 h. 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.

## 1 Exemplul 10

3 Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gâturi, 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  
5 micropulbere de caolină brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350  $\mu\text{m}$ ), 15 g micro-  
7 pulbere de alumină (cu diametrul mediu al particulelor sub 250  $\mu\text{m}$ ) și 15 g pulbere nano-  
9 poroasă de silice (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și cu diametrul mediu al particu-  
11 lelor sub 200  $\mu\text{m}$ ). Se lasă suspensia sub agitare energetică, pentru dispersarea pulberilor,  
13 timp de 1 h. În suspensia obținută se adaugă 15 ml AA (35% față de oxizi), 0,32 ml MBAM  
15 (1:40 față de AA), 2,2 ml soluție apoasă 2% de MS (0,25% MS față de AA), 2,5 ml soluție  
17 apoasă 2% de PK (0,32% PK față de AA) și 2,1 ml soluție apoasă 2% de SF (0,25% SF față  
19 de AA). Concentrația de oxizi în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 45%.  
21 Se continuă agitarea în balon timp de 3 min, după care suspensia obținută se toarnă în  
23 matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp  
25 de circa 5 min, pentru gelifiere, și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 min, pentru defini-  
tivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la  
temperatura camerei (22°C), timp de 24 h, după care se introduc într-o etuvă cu circulație  
de aer cald, la temperatura de 110°C, cântărindu-se din 4 în 4 h. Atunci când diferența de  
masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2% față de cântărirea pre-  
cedentă, 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 h. 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.



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, selectați dintre caolina brută, alumină, silice sau amestecuri ale acestora în diferite proporții, se dispersează timp de 1...2 h în apă demineralizată, în prezență de poliacrilat de amoniu, soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu adăugată 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*-acrilamidă într-un raport de 1:20...60 față de acidul acrilic, soluție apoasă 2,0% de metabisulfid de sodiu cu o concentrație de metabisulfid de sodiu în suspensie de 0,2...0,6% față de acidul acrilic, soluție apoasă 2,0% de persulfat de potasiu cu o concentrație de persulfat de potasiu în suspensie de 0,2...0,6% față de acidul acrilic, și, opțional, se poate adăuga o soluție apoasă 2,0% de sulfat feros cu o concentrație de sulfat feros în suspensie de 0,1...0,5% față de acidul acrilic, concentrația oxizilor ceramici, în suspensia finală, fiind de 40...50%, fără a se include monomerii; se amestecă totul energetic timp de 2...8 min, după care suspensia se toarnă în forme și se lasă să gelifice timp de 2...10 min, la temperatura camerei, în contact cu atmosfera; se mai lasă în aceleași condiții încă 60...80 min, pentru stabilizarea structurii, după care corpul crud se scoate din forme, se lasă să se preusuce în aer, la temperatura camerei, timp de 20...24 h, și se pune într-o etuvă cu circulație de aer, la temperatura de 105...110°C, până la atingerea unei greutate constante, și apoi corpul uscat este introdus într-un cuptor aflat la temperatura de 22...30°C, ridicându-se apoi 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 h, după care se oprește încălzirea cuptorului și 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 caolină brută, cu un diametru mediu al particulelor sub 350 μm, silice nanoporoasă cu un diametru mediu al porilor sub 40 nm, și cu diametrul mediu al particulelor sub 200 μm, micropulbere de alumină cu un diametru mediu al particulelor sub 250 μm, și nanopulbere de alumină cu un diametru mediu al particulelor sub 200 nm.

