



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 00710

(22) Data de depozit: 20.07.2011

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

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

(72) Inventatori:
• VELCIU GEORGETA,
STR. MALCOCI N. 21, BL.40, SC.5, ET.1,
AP.56, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;

• ȘEITAN CRISTIAN, BD. GHENCEA
NR. 38, BL. C63, SC. 1, ET.1, AP. 3,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• ȚARDEI CHRISTU,
STR. PROF. ȘTEFAN S. NICOLAU NR. 11,
BL. G1, AP.15, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;
• GRIGORE FLORENTINA,
STR.PĂTULULUI NR.6, BL.5, SC.1, AP.43,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
• MARINESCU VIRGIL,
CALEA CĂLĂRAȘILOR NR.94, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI MATERIAL CERAMIC CU
MICROSFERE CAVERNOASE DE TIP α - Al_2O_3

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui material ceramic utilizat ca termoizolant în construcții. Procedeuul conform invenției constă dintr-o primă etapă în care se obține o soluție de nitrat de alumina, la o temperatură de 80...90°C, la care se adaugă o soluție de amoniac 25% grav., sub amestecare continuă, până la obținerea unui precipitat, peptizarea cu acid acetic glacial la 80...90°C, sub agitare, și obținerea unei soluții coloidale, după care, într-o a doua etapă, se obține o

emulsie prin adăugarea solului peptizat într-un solvent suport, și în a treia etapă, soluția emulsionată este gelatizată până la atingerea unui pH de 9...10, urmată de filtrarea și spălarea gelului rezultat, și sinterizarea la o temperatură de 1200°C.

Revendicări: 1
Figuri: 3



Procedeu de obținere a unui material ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α -Al₂O₃

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui material ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α -Al₂O₃, cu proprietăți termoizolante, utilizat ca umplutură în prepararea materialelor de acoperire termoizolante, cu aplicații în construcții rezidențiale, comerciale și industriale, în industria constructoare de mașini, aeronautică, în industria energetică, electrotehnică, ș.a [1,2].

Procedeele cunoscute pentru obținerea unui material ceramic cu microsferă cavernoasă se deosebesc între ele prin tehnicile folosite și prin materiile prime introduse în fluxul tehnologic. Parametrii cei mai importanți care influențează eficiența materialului ceramic cu microsferă cavernoasă sunt compoziția mineralogică, concentrația soluțiilor, viteza de agitare a soluțiilor, temperatura de lucru, dimensiunile microsferelor cu structură cavernoasă. Există numeroase procedee de obținere a unui material ceramic cu microsferă cavernoasă și anume:

- metoda sol-gel care constă în prepararea unui sol, gelifierea solului și îndepărtarea solventului, urmată de tratamente termice corespunzătoare. Solul poate fi obținut din precursori organici sau anorganici (alcoxizi, sol de silice, nitrați, citrați etc) și constă din particule de oxizi dense sau clusteri polimerici (ciorchini din lanțuri de polimer) fin dispersate în faza lichidă [3-11]
- tehnica extracției din emulsii apose și tehnica de extracție ionică din emulsie sunt cunoscute ca metode de gelifierea emulsiilor de sol [12,13]
- metoda glicotermală [14]
- tehnica de obținere a pulberilor granulate prin scăderea temperaturii, se poate aplica atât pentru pulberi metalice cât și pentru pulberi ceramice. Această metodă prezintă o serie de avantaje și anume, se obțin pulberi submicronice și omogene, cantitatea de material utilizată este foarte mică (50-100ml) [15,16]
- metoda centrifugală de uscare prin pulverizare [17] ș.a.

Procedeele de preparare a materialelor cunoscute prezintă următoarele dezavantaje:

- materialul obținut poate conține pori reziduali, hidroxili reziduali și carbon rezidual
- distribuție neuniformă a microgranulelor cavernoase
- presiuni mari de lucru
- instalații de procesare costisitoare.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unui material ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α -Al₂O₃ care utilizat ca umplutură într-un material de acoperire duce la creșterea proprietăților termoizolante ale materialului de acoperire.

Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că, în scopul obținerii unui material ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α -Al₂O₃, prin combinarea a două procedee și anume, procedeu sol-gel în combinație cu procedeu de gelifiere a solului de material ceramic astfel: în prima etapă, se obține o soluție de nitrat de alumina 2M, la temperatura de 80-90°C,

la care s-a adaugat soluție de amoniac (25 grav.%) sub amestecare continuă până la obținerea unui precipitat, peptizarea cu acid acetic glacial la 80-90°C, prin agitare la 300-1000 rpm și obținerea unei soluții coloidale, în etapa II obținerea emulsiilor de tip apă-ulei (A/U), prin adăugarea solului peptizat într-un solven suport și etapa III, adăugarea de trietilamină sub agitare la viteza de 1500 rpm, în soluția emulsificată până la atingerea unui pH de 9 -10, obținându-se un gel, filtrarea, spălarea cu acetonă și alcool etilic și sinterizarea la 1200°C.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- este eficient în sensul că folosește materii prime și materiale ieftine, consumuri energetice reduse
- pentru procesare se utilizează echipament obișnuit din tehnologia chimiei organice
- nu se folosesc temperaturi și presiuni mari de procesare
- nu se dezvoltă produși intermediari și procedeul este reproductibil din punct de vedere al compoziției chimice și al caracteristicilor fizico-mecanice ale produselor finale.

Se prezintă în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1..3 care reprezintă:

- fig.1- difracția de raze X a materialului ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α Al₂O₃, conform acestei invenției
- fig.2 – micrografie optică a materialului ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α Al₂O₃, conform invenției
- fig.3 – micrografie electronică a materialului ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α Al₂O₃, conform acestei invenției.

Conform invenției, morfologia structurii materialului ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α Al₂O₃, s-a realizat prin microscopie optică (microscop optic tip NU II, Carl Zeiss, cu obiectiv 25x, folosind iluminarea prin transmisie și reflexie) și microscopie electronică (echipament FESEM-FIB Workstation Auriga produs de Carl Zeiss, Germania, Coloana SEM de tip Gemini), conform fig.1 și fig. 2.

Materiile prime utilizate

Al(NO₃)₃× 9H₂O (Merck, puritate 98,5%), NH₃ 25%, n-heptan, cyclohexan, surfactant (SPAN 80), trietilamină (TEA), solvenți (acetonă, alcool etilic).

Mod de lucru

- etapa I - obținerea solului de alumină; ca precursor de material ceramic s-a utilizat o soluție 2M de nitrat de alumină. La temperatura de 80-90°C, s-a adaugat soluție de amoniac (25 grav.%) sub amestecare continuă până la obținerea unui precipitat. Precipitatul obținut a fost peptizat cu acid acetic glacial la 80-90° C, prin agitare la 300-1000 rpm, până la obținerea unei soluții coloidale

- etapa II - obținerea emulsiilor de tip apă-ulei (A/U); soluția preparată ca în etapa I, este folosită ca fază apoasă (A), ca fază uleioasă (U) s-a folosit un solvent suport. Solventul suport este constituit din 20 până la 40% vol surfactant ne-ionic hidrofobic cu HLB 4,3 (SPAN 80) și 60 până la 80% vol solvent organic (ex: cyclohexan, 1,1,1 triclorețan, n-heptan sau n-hexan). Emulsia s-a preparat prin dispersarea solului de alumină în solventul suport, timp de 20 min sub

agitare constantă, cu o viteză de 500-1500 rpm, păstrând constant raportul volumetric sol/solvent suport de 1:4

- etapa III - obținerea microsferelor cavernoase de alumina; în soluția emulsificată sub agitare la viteza de 1500 rpm, s-a adăugat trietilamină până la atingerea unui pH de 9 -10, obținându-se un gel. Picăturile de sol sunt gelificate prin creșterea bazicității amestecului. Raportul între volumul soluției și agentul de gelifiere a fost de 1:0,4. Microsferele de gel s-au separat prin filtrare și s-au spălat cu acetonă și alcool etilic. La final gelul s-a uscat o zi la temperatura camerei. Microsferele de gel trec în starea cristalină prin sinterizare la 1200°C, conform diagramei de tratament termic și anume:

- încălzirea de la 25°C la 300°C cu viteza de 5°C,
- menținerea la 300°C timp de 30 min
- încălzirea de la 300°C la 600°C cu viteza de 5°C
- menținerea la 600°C timp de 30 min
- încălzirea de la 600°C la 1200°C cu viteza de 7°C
- menținerea la 1200°C timp de 120 min
- răcire de la 1200°C la 25°C cu viteza de 7°C.

Prin acest procedeu se obține un material ceramic cu microsferă cavernoasă de tip α -Al₂O₃. Difrakția de raze X și microscopia ne arată formarea cristalitelor de alumina și structura cavernoasă a microsferelor, fig. 1-3.

Datorită proprietăților, precum conductivitatea și difuzivitatea termică redusă, stabilitatea fizico-chimică, rezistența la coroziune și oboseală termică, materialul obținut prin procedeul conform invenției este o soluție optimă pentru multe aplicații. Acoperirile termoizolante cu materiale ceramice cu microsferă cavernoasă, sunt utilizate în diverse domenii precum, construcții rezidențiale, comerciale și industriale, în industria constructoare de mașini, aeronautică, în industria energetică, electrotehnică, ș.a [1,2].

Revendicare

Procedeu de obținere a unui material ceramic cu microsferă cavernoase de tip $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, în care se combină elementele metodei sol-gel cu cele ale metodei de gelifiere a emulsiei, **caracterizat prin aceea că**, în scopul obținerii unui material cu proprietăți funcționale superioare, în prima etapă, se obține o soluție de nitrat de alumina 2M, la temperatura de 80-90°C, la care s-a adăugat soluție de amoniac (25 grav.%) sub amestecare continuă până la obținerea unui precipitat, peptizarea cu acid acetic glacial la 80-90°C, prin agitare la 300-1000 rpm și obținerea unei soluții coloidale, în etapa II obținerea emulsiilor de tip apă-ulei (A/U), prin adăugarea solului peptizat într-un solvent suport și etapa III, adăugarea de trietilamină sub agitare la viteza de 1500 rpm, în soluția emulsificată până la atingerea unui pH de 9 -10, obținându-se un gel, filtrarea, spălarea cu acetonă și alcool etilic și sinterizarea la 1200°C.

20

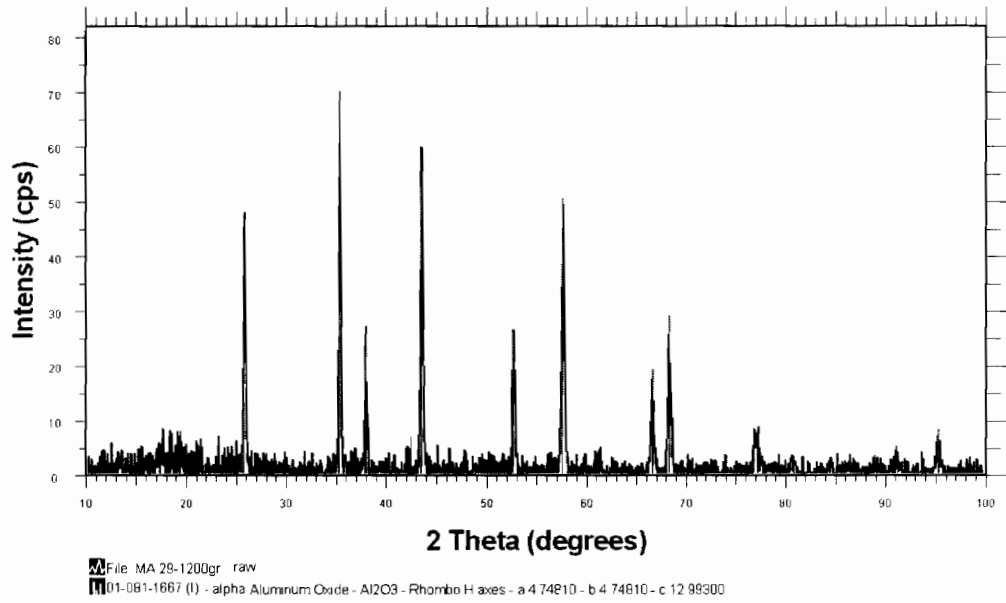


Fig.1

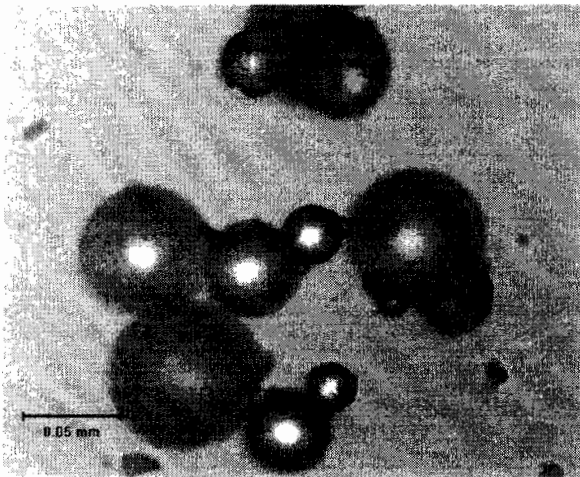


Fig.2

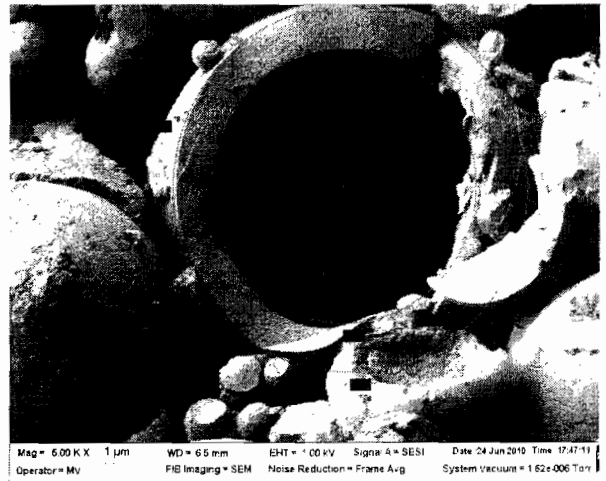


Fig.3