



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2012 00528

(22) Data de depozit: 13.07.2012

(41) Data publicării cererii:

28.06.2013

BOPI nr. 6/2013

(71) Solicitant:

- JUMANCA DANIELA, STR. CAREI NR. 1E-1F, TIMIȘOARA, TM, RO;
- GALUSCAN ATENA, STR. GHEORGHE DOJA NR. 3, TIMIȘOARA, TM, RO;
- BORCAN FLORIN, STR. INTRAREA CUCULUI NR. 3, SC. A, AP. 6, TIMIȘOARA, TM, RO;
- FLORIȚA ȘERBAN, STR. NICOLAE LEONARD NR. 10A, BL. B15, ET. 2, AP. 11, TIMIȘOARA, TM, RO;
- DEHELEAN CRISTINA, STR. CONSTANTIN STERE NR.8, AP.13, TIMIȘOARA, TM, RO;
- FLORIȚA ZENO, STR. NICOLAE LEONARD NR. 10A, BL. B15, ET. 2, AP. 11, TIMIȘOARA, TM, RO

(72) Inventatori:

- JUMANCA DANIELA, STR. CAREI NR. 1E-1F, TIMIȘOARA, TM, RO;
- GĂLUȘCAN ATENA, STR. GHEORGHE DOJA NR. 3, TIMIȘOARA, TM, RO;
- BORCAN FLORIN, STR. INTRAREA CUCULUI NR. 3, SC. A, AP. 6, TIMIȘOARA, TM, RO;
- FLORIȚA ȘERBAN, STR. NICOLAE LEONARD NR. 10A, BL. B15, ET. 2, AP. 11, TIMIȘOARA, TM, RO;
- DEHELEAN CRISTINA, STR. CONSTANTIN STERE NR.8, AP.13, TIMIȘOARA, TM, RO;
- FLORIȚA ZENO, STR. NICOLAE LEONARD NR. 10A, BL. B15, ET. 2, AP. 11, TIMIȘOARA, TM, RO

(54) PROCEDU ȘI DISPOZITIV PENTRU PRODUCEREA NANOGELURILOR ȘI MICROGELURILOR PE BAZĂ DE SILICAȚI ALCALINO-PĂMÂNTOȘI

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu pentru obținerea unor silicați alcalino-pământoși, cu aplicație în domeniul medicinei dentare, și la o instalație pentru aplicarea procedeuului. Procedeuul conform invenției constă din reacția chimică, la temperaturi de 20... 50°C, a unei sări sau hidroxid hidrosolubil, parțial solubil sau insolubil în apă, de magneziu, calciu sau bariu, în fază emulsionată cu un jet de gaz portant/lichid în echicurent, la o presiune de 1,2...3 bar, cu un silicat alcalin de litiu, sodiu sau potasiu, soluțiile reactante având concentrații de 1...20% în greutate, într-o zonă de reacție cu recircularea internă parțială a emulsiei, hidrogelul de silicat obținut este separat prin ultracentrifugare, eventual, filtrat sub vid, urmat de spălări repetate cu apă distilată, pasta rezultată din separare fiind condiționată prin uscare, din care rezultă o pulbere solidă, având o granulometrie de 100...1000 nm. Instalația conform invenției cuprinde un reactor (1) chimic, prevăzut cu două amestecătoare (4 și 5) statice, un racord (6) de injectare a gazului portant, două racorduri (20 și 25) pentru injectarea soluțiilor apoase, două vase (15 și 21) de dozare, două schimbătoare de căldură (18 și 24), pentru preîncălzirea soluțiilor apoase, un vas (28) cilindric vertical, pentru separarea hidrogelului emulsionat, și o coloană (20) de separare picături gaz/lichid și de evacuare a gazului rezidual.

Revendicări: 3

Figuri: 8

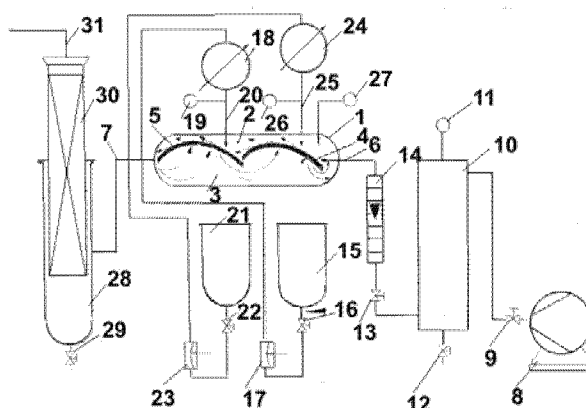


Fig. 8

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 SI DISPOZITIV PENTRU PRODUCEREA NANOGELURILOR SI MICROGELURILOR PE BAZA DE SILICATI ALCALINO-PAMANTOSI

DESCRIEREA INVENTIEI

Inventia se refera la un procedeu si dispozitiv pentru producerea nanogelurilor si microgelurilor pe baza silicati alcalino-pamantosi, cu aplicatii in domeniul medicinei dentare si a ingineriei materialelor .

Materiile prime utilizate pentru sinteze sunt saruri respectiv formatii si clorurile hidrosolubile de magneziu, calciu, bariu sau suspensii apoase ale unor saruri partial solubile/ insolubile-carbonati si hidroxizi ai acelorasi elemente chimice, respectiv silicatii alcalini de litiu, sodiu sau potasiu sub forma de solutii apoase cu concentratii variabile.

Dispozitivul conform inventiei este un reactor monotubular confectionat din polietilen tereftalat rezistent la presiune sau otel inoxidabil, echipat cu doua amestecatoare statice confectionate din otel inoxidabil cu rugozitate redusa, legate in serie, avand un profil lenticular convex/concav in sectiunea axiala, cu raportul intre lungimea si latimea profilului cuprins intre 3/1...8/1, preferabil 5,5/1...6,5/1, raza de curbura in sectiune longitudinala cuprinsa intre 40...50 mm iar in sectiune radiala cuprinsa intre 30...40 mm, curburile fiind identice atat pentru suprafata superioara convexa cat si pentru suprafata inferioara concava. Reactorul functioneaza in pozitie orizontala sau cu o inclinatie de 30...45 grd fata de orizontala pe directia de deplasare a fluxului reactant, fiind echipat cu trei racorduri pentru injectia fluidelor: un gaz portant cum ar fi un gaz inert, oxidant sau reductor pe directia axiala a corpului cilindric, tangential la suprafata convexa a profilelor si doua racorduri pentru injectia solutiilor/suspensiilor apoase pe directie perpendiculara in raport cu profilul convex al amestecatoarelor statice, pozitia de injectare fiind spre baza sau cota maxima a profilului convex , reglabila prin deplasarea in plan orizontal a pachetului de amestecatoare statice, operatiune prealabila punerii in functiune, figura nr. 1. In figurile nr. 2 si 3 sunt prezentate montajul de ansamblu al dispozitivului cu elementele de injectare controlata a fluidelor si colectare a produsilor de reactie sub forma de hidrogel, dupa detensionarea efluentului in vasul sferic si separarea picaturilor antrenate de aerul detensionat la presiunea atmosferica, intro coloana de tip Vigreux . In figurile nr. 4, 5 si 6 este prezentata functionarea reactorului cu vizualizarea profilelor amestecatoarelor statice, succesiv din directia suprafetei convexe (vedere de sus), din directie laterala in raport cu acestea si de pe directia suprafetei concave (vedere de jos) fiind evidentiata recircularea partiala a produsilor de reactie prin depresiunea creata pe suprafata concava a profilelor.

Conditii de reactie sunt definite prin: temperatura de reactie cuprinsa intre 20...50 grd.C, presiunea de 1,2...3 bar abs, concentratia solutiilor/suspensiilor cuprinsa intre 1...20% greutate, raportul volumetric intre debitele de fluide gaz portant : solutie/suspensie de compusi ai metalelor alcalino-pamantose : solutie apoasa de silicat alcalin de 1000...10000 : 0,1...1,5 : 0,5...5, iar viteza de deplasare a amestecului gaz/lichid in sectiunea libera a reactorului cilindric de 20...200 m/s.

Produsii principali de reactie sunt silicatii alcalino-pamantosi sub forma de hidrogel iar cei secundari saruri hidrosolubile, cloruri, formati sau carbonati de litiu, sodiu, potasiu, in cazul utilizarii sarurilor hidrosolubile/insolubile, respectiv hidrogeluri pure in cazul utilizarii hidroxizilor. Dimensiunile particolelor solide din hidrogeluri sunt cuprinse intre 100...1000 nanometri respectiv 1...100 micrometri in functie de parametri de operare, cu

A. H. L. J. A. J. A. J. A. J. A. J.

28
29

reglarea pH-ului acestuia in limitele 7,5...12, in relatie directa cu structura, concentratia si raportul intre reactanti, potrivit cerintelor de utilizare ale acestora in domeniul medicinei dentare si a ingineriei materialelor.

Hidrogelurile obtinute in conformitate cu procedeul descris pot fi utilizate ca atare sau in preparate mai complexe pentru operatiuni de nanosigare a fisurilor din smaltul dentar, slefuire/lustruire si obtinerea de materiale compozite cum ar fi profile termo-protectoare refractare, cimenturi inclusiv de uz stomatologic, vopsele ignifuge. Intro alta formulare se procedeaza la separarea si conditionarea silicatilor alcalino-pamantosi prin ultracentrifugare, spalare repetata cu apa distilata urmata de uscarea finala in vederea obtinerii acestora sub forma de pulberi uscate cu dimensiuni nano sau micrometrice.

Se cunoaste ca pentru obtinerea nanogelurilor sau microgelurilor pe baza de silicati alcalino-pamantosi sunt utilizati ca precursori compusi ai siliciului de tipul silicatilor alcalini, silicatul de aluminiu sau silicohidridelor, R_4O_4Si in care R este un radical hidrocarbonat de tip alchil $C_1...C_6$ si o sursa de ioni $Me.exp.2+$ care poate fi o sare (azotat, carbonat, sulfat, clorura, bromura, etc.) sau un hidroxid de tipul $Me(OH)_2$ in care $Me.exp.2+$ simbolizeaza cationi ai elementelor alcalino-pamantose, cu predilectie calciu. In unele cazuri sunt descrise precipitate de tip nano si microgel de silicat de calciu "dopate" cu silicati de elemente monovalente Ag, Na, K, divalente Zn, Sr, Mg, Cu, Fe, trivalente Fe, tetravalente Ti sau alti compusi chimici de tipul oxizilor MgO, ZnO, FeO, Fe_2O_3 , SrO, SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 sau sarurilor NaF, KF, $CaCO_3$ respectiv fosfati alcalini mono sau diacizi sau fosfati de amoniu. Silicatul de calciu mezoporos obtinut prin precipitarea azotatului de calciu cu silicat de sodiu, avand o suprafata specifica cuprinsa intre 300...400 m.p./gram si o porozitate de 1...10 nm, cu dimensiuni ale particolelor de 20...75 nm se utilizeaza ca suport pentru transportul si eliberarea lenta in fluidele organice a unor medicamente, vitamine sau factori de crestere. Un alt procedeu consta in reactia dintre un compus sursa de calciu de tip saruri (acetat, clorura, carbonat), oxid sau hidroxid cu o substanta din clasa silanilor (tetracacetatul de siliciu) utilizand metoda sol/gel in prezenta unui amestec de etanol si acid azotic. Hidrogelul rezultat este ulterior prelucrat prin procedee termice pentru evaporarea apei si calcinare pana la temperature de 1300 grd C. Pulberea rezultata poate si suspendata in gelatina si apoi in apa cu continut de ioni fosfat rezultand un sistem precursor al formarii hidroxiapatitei cu aplicatii in medicina dentara sau reconstructie osoasa. Sunt descrise compozitii pe baza de silicat de calciu din clasa cimenturilor destinate specialitatii de endodontie din domeniul medicinei dentare. Deasemenea silicatii alcalino-pamantosi, in primul rand $CaSiO_3$ se utilizeaza sub forma de fibre sau pulberi pentru obtinerea unor materiale compozite utilizate in domeniul medicinei dentare, chirurgiei osoase reconstructive si ingineriei materialelor de constructii. Un alt procedeu descrie obtinerea silicatului de calciu prin reactia intre acidul silicic si o sare de calciu caracterizat prin capacitatea ridicata de inglobare a unor ioni de metale grele cum ar fi argintul. Prin conditionarea silicatului de calciu "dopat" cu ioni de argint intrun material compozit cu un polimer sintetic conduce la un material de obturare, cu proprietati antibacteriene utilizat in medicina dentara. Procedeul avand ca precursori silicohidridele permite obtinerea in final, a unor pulberi de silicat de calciu cu granulatia cuprinsa intre 0,01...50 micrometri respectiv 0,1...5 micrometri, dupa uscarea precipitatului la temperatura de pana la 150 grd C si calcinarea ulterioara la temperaturi cuprinse intre 700...1300 grd C. Pulberile micrometrice si submicrometrice de silicat de calciu sunt destinate prepararii unor cimenturi cu aplicatii in specialitatea ortopedie pentru restaurarea tesutului osos pe cale chirurgicala. Procesele chimice sunt perfectate uzual in reactoare echipate cu agitatoare mecanice sau magnetice avand conditii hidrodinamice modeste, compensate cu adaus de substante organice, deobicei alcooli alifatici saturati inferiori si/sau substante tensioactive, pentru a se crea conditii de

Ang. J. H. Z. H. June 2 Peter. H. H.

formare a hidrogelurilor nano sau micrometrice la interfata intre faza organica si apoasa respectiv la nivelul peliculelor spumei generate de substanta tensioactiva.

Dezavantajele procedeelor cunoscute sunt:

1. Functionarea in regim discontinuu a reactorului de precipitare fapt ce reduce considerabil productivitatea procedului;

2. Regimul hidrodinamic modest specific reactoarelor cu agitator mecanic sau magnetic impune utilizarea unor substante ce modifica tensiunea superficiala a fazei apoase (alcooli, substante tensioactive) astfel incat reactia de precipitare sa aiba loc in pelicula unei spume. Prezenta acestora in produsii de reactie impune operatii suplimentare pentru purificarea hidrogelului;

3. Limitarea concentratiei reactantilor la valori de sub 0,5 moli/litru de exemplu 0,4 moli/l $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ si 0,4 moli/l $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ adica echivalentul a 6,56% greutate $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ si respective 4,88% greutate Na_2SiO_3 pentru evitarea fenomenului de crestere necontrolata a dimensiunii particulelor solide din cauza regimului hidrodinamic relativ lent.

4. Concentratia redusa a reactantilor este un factor suplimentar de reducere a productivitatii procedului discontinuu pentru sinteza silicaturii de calciu.

Inventiei prezinta urmatoarele avantaje:

1. Functionarea in regim continuu a reactorului de precipitare asigura o productivitate ridicata a instalatiei pentru prepararea nano si microgelurilor de tipul precipitatelor de silicati alcalino-pamantosi;

2. Flexibilitatea dispozitivului-reactor chimic, cu referire la modificarea aerodinamicii si hidrodinamicii fluxurilor de reactanti si gaz portant permite o reglare continua a granulometriei particulelor de hidrogel, fara adausul de substante modificatoare a tensiunii superficiale a solventului-apa, fapt care complica ulterior procesul de purificare a hidrogelului;

3. Recircularea turbionara a hidrogelului-produs de reactie raspunde dezideratului de diluare cu un mediu inert, in cazul de fata chiar produsul hidrogel, a reactantilor cu scopul cresterii concentratiei solutiilor acestora la intrarea in reactor si marirea apreciabila a productivitatii reactorului ;

4. Recircularea turbionara a hidrogelului-produs de reactie, pe suprafata concava a amestecatoarelor statice, readuce la intrarea in reactor a unui flux suplimentar gaz/lichid ce determina scaderea timpului de contact intre reactanti la nivelul suprafetei convexe a amestecatoarelor statice (zona de reactie), fiind imbunatatita selectivitatea procesului, in sensul scaderii vitezei reactiilor de formare a produsilor secundari;

5. Functionarea in regim continuu asigura mentinerea constanta a parametrilor de reactie : temperatura, presiunea si pH-ul produsului de reactie nano sau microgel;

6. Posibilitatea de utilizare a unui gaz portant neutru, cu caracter reductor sau oxidant in raport cu produsul de reactie-hidrogel astfel incat este posibila perfectarea in acelasi reactor a doua reactii chimice consecutive: precipitarea la nivelul suprafetei convexe si oxidarea sau reducerea in zona de recirculare turbionara la nivelul suprafetei concave a amestecatoarelor statice;

7. Versatilitatea dispozitivului in sensul posibilitatii de-a se realiza procesele de precipitare cu formare de micro si nanogeluri, pentru o mare diversitate de sisteme reactante.

Se prezinta un numar de 3 exemple de realizare a inventiei;

Exemplul 1

Se prepara un hidrogel de silicat de calciu prin reactia in flux continuu intre o solutie apoasa de silicat de sodiu si o solutie apoasa de formiat de calciu, in instalatia de laborator

echipata cu dispozitivul-reactor chimic, conform inventiei. Concentratiile solutiilor au fost de 2% greutate silicat de sodiu si respectiv 2,1 % formiat de calciu. Raportul volumetric intre fluxurile de fluide (aer : solutie silicat de sodiu: solutie formiat de calciu) a fost de 3600 : 1 : 1. Viteza de deplasare in sectiunea libera a reactorului, delimitata de extremitatea superioara a suprafetei convexe a amestecatoarelor statice si corpul cilindric al reactorului, a fost de 72 m/s. Temperatura de reactie a fost de 25 grd C iar presiunea aerului la intrarea in reactor de 1,4 bar abs. Produsul de reactie, hidrogelul de silicat de calciu cu un pH de 9,42 unitati a fost prelucrat prin ultracentrifugare (5000 rpm), separarea de solutia apoasa cu continut de formiat de sodiu-produs secundar si spalarea de 2 ori cu apa distilata prin dispersia cu ultrasunete, alternata cu ultracentrifugarea fiecarei solutii intermediar rezultate. O alta portiune din hidrogel a fost supusa filtrarii sub vid (0,05 bar abs presiunea reziduala), pe un filtru cu o porozitate de 0,4 microni si spalarea precipitatului de 4 ori cu apa distilata , fiecare spalare alteranad cu o filtrare sub vid, pana la atingerea unui pH constant de 8,28 unitati in doua filtrate succesive.. In cursul filtrarii s-a constatat o slaba "strapungere" a materialului filtrant . S-a incercat repetarea operatiunii de filtrare pe un material filtrant cu porozitatea de 0,8 microni si s-a constatat "strapungerea" filtrului cu suspensie solida, pana la colmatarea acestuia cu material solid. Operatiunile de filtrare pe suprafete filtrante cu porozitati diferite 0,4 si respective 0,8 microni permite o apreciere aproximativa a intervalului de granulometrie a particolelor de hidrogel intre 400...800 nm. Pasta rezultata prin separarea ultracentrifugala a fost conditionata prin uscare constatandu-se o tendinta de aglomerare a particolelor, specifica silicatilor. In cursul operatiunilor de prelucrare intermediara a gelurilor s-a constatat ca acestea reactioneaza la rece, in timp de cca 72 ore, chiar si cu suprafetele vitroase ale unor sticle de laborator cu rezistenta chimica ridicata, de tipul borosilicatilor, provocand matuirea acestora, ca aspect de gravaj chimic. Pulberea solida rezultata a fost supusa unor analize fizico-structurale. Analizele efectuate prin microscopie electronica cu baleaj (SEM) indica structuri microcristaline (1...5 micrometri) alternate cu agregate de ordinal a peste 10 microni, rezultate prin interactiunea particolelor submicrometrice in cursul operatiunilor de prelucrare a hidrogelului (figura nr. 7). Un esantion din pulberea de silicat de calciu a fost supus suspendarii in apa distilata cu ajutorul ultrasunetelor la o dilutie de 1 : 5000 suspensia fiind analizata cu un aparat Zetasizer Nano. Rezultatele analizelor confirma ca dimensiunea medie a particolelor solide este de 1962 (+, -) 170 nm adica in jurul a 2 microni, un indice de dispersie de 0,8 unitati la un potential "Zeta" de -12 (+,-) 0,2 mV care indica o instabilitatea incipienta a hidrogelului. Cate o proba din pulberea microcristalina si hidrogelul de silicat de calciu cu continut de formiat de sodiu (produs cu toxicitate raportata de 4 ori mai scazuta decat cea a clorurii de sodiu) au fost stabilizate prin suspendarea intrun gel de carboximetilceluloza-Walocell (solutie apoasa c = 3%), rezultand un preparat cu o buna capacitate de slefuire si lustruire prin periaj a dintilor.

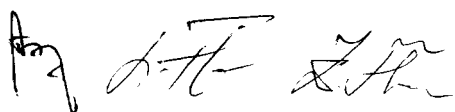
Exemplul 2

Se prepara un hidrogel pe baza de amestec silicat de calciu si bariu in raport atomic Ca:Ba = 6 : 1 prin reactia in flux continuu, intre o solutie apoasa de silicat de sodiu de concentratie 16,5 % si o solutie apoasa a unui amestec format din clorura de calciu si clorura de bariu cu concentrate de 16,4% greutate cloruri, astfel incat raportul gravimetric dintre cele doua cloruri sa asigure raportul atomic anterior prezentat . Instalatia a fost operata la temperatura de 25 grd C, presiunea aerului de de 1,60 bar abs la intrarea in reactorul cu amestecatoare statice si debite de acelasi ordin de marime conform exemplului nr. 1 de realizare a inventiei, cu deosebirea ca rapoartele volumetriche intre debitele de fluide (aer : solutie de silicat de sodiu : solutie cloruri) au fost de 4800 : 1,05 : 1. Viteza aerului in

sectiunea libera a reactorului a fost de 96 m/s . Hidrogelul cu continut de amestec de silicat de calciu si bariu a fost prelucrat in mod similar cu descrierea din exemplul nr. 1 de realizare a inventiei, atat prin procedeul ultracentrifugarii cat si cel al filtrarii sub vid . O proba de pulbere solida prelucrata dupa procedeul ultracentrifugarii a fost supusa analizelor cu aparatul Zetasizer Nano. Dimensiunea medie a particolelor de silicati alcalino-pamantosi a fost mai redusa respectiv 1272 (+,-) 129 nm adica in jurul valorii de 1...1,5 micrometri, indicele de polidispersie cu valoarea 1,0 iar potentialul "Zeta" la nivelul de -9 (+,-) 0,4 mV indica o tendinta mai accentuata de segregare a suspensiei fata de cazul exemplului nr. 1, posibil datorita masei moleculare mult mai ridicata a silicaturii de bariu (223 u.a.m.) fata de cea a silicaturii de calciu (116 u.a.m.). O proba formata din amestecul de silicati de Ca si Ba a fost suspendata in hidrogelul acelorasi tipuri de silicati, continand si clorura de sodiu, produs secundar al reactiei de precipitare. Proportia intre fractiunea solida microcristalina si hidrogel a fost de 1 : 3 gravimetric. Amestecul a fost stabilizat prin adausul a 1,5 % carboximetilceluloza-Akucell, fiind destinat lustruirii si indepartarii petelor de pe suprafetelor solide prin procedeul ejectiei cu flux de aer.

Exemplul nr. 3

Se prepara, in conditiile exemplului nr. 2, un hidrogel ce contine numai silicatul de calciu. Pulberea solida preparata via procesul de ultracentrifugare a fost analizata rezultatele fiind: dimensiunea medie a particolelor 1564 (+,-) 45 nm, indicele de polidispersie 0,7 iar potentialul "Zeta" de -20 (+, -) 1,0 mV care indica o stabilitate superioara a suspensiei si implicit a hidrogelului fata de cele din exemplele 2 si 3 de realizare a inventiei. O proba de hidrogel a fost filtrate sub vid in conditiile exemplului nr.1 si spalata alternativ pe un material filtrant cu dimensiunea medie a porilor de 0,4 micrometri. Dupa spalarea si filtrarea alternativa sub vid, in vederea indepartarii avansate a clorurii de sodiu s-a obtinut o pasta cu un continut de 16,3% greutate silicat de calciu, avand o umiditate corespunzatoare de 83,7 % greutate. Pasta a fost supusa malaxarii intrun aparat de laborator prevazut cu manta de incalzire cu circulatie de ulei termic la temperature de 200 grd C in vederea reducerii umiditatii pastei la o valoare medie de 17%. Produsul rezultat este unul dintre precursorii pentru fabricarea profilelor spongioase destinate termoprotectiei unor structuri expuse la temperature ridicate.



REVENDICARI

1. Procedeu continuu pentru sinteza microgelurilor si nanogelurilor pe baza de silicati alcalino-pamantosi prin reactia, in echicurent cu un jet de gaz portant, pe suprafata unor amestecatoare statice cu profil lenticular convex/concav, a unor solutii/suspensii de saruri solubile/ insolubile in apa, ale magneziului, calciului si bariului sau hidroxizi ai acestora cu solutii apoase ale unor silicati alcalini de litiu, sodiu, sau potasiu, concentratiile acestora fiind cuprinse intre 1...20% greutate, raportul volumetric intre debitele fluidelor gaz portant : solutie/suspensie de compusi ai metalelor alcalino-pamantaoase : silicati alcalini fiind cuprins intre 1000...1000 : 0,1...1,5 : 0,5 : 5, temperatura de reactie cuprinsa intre 20 ...50 grd C, presiunea gazului portant la intrarea in reactor de 1,2...3 bar abs iar viteza de deplasare a amestecului gaz/lichid in sectiunea libera a reactorului, definita prin aria marginata de extremitatea superioara a sectiunii convexe a amestecatoarelor statice cu profil lenticular si peretele cilindric al reactorului, in limitele de 20...200 m/s.

2. Dispozitiv definit ca reactor chimic cu functionare continua avand sectiunea cilindrica monotubulara echipat cu doua amestecatoare statice cu profil convex/concav confectionate din otel inoxidabil cu rugozitate redusa, dispuse in serie pe directia axiala de propagare a fluxului gaz/lichid, avand raportul intre lungime si latime de 3/1...8/1, preferabil 5,5/1...6,5/1, raza de curbura egala atat pentru suprafata convexa cat si pentru cea concava respectiv 40...50 mm in sectiune longitudinala si 30...40 mm in sectiune radiala. Dispozitivul-reactor chimic confectionat din polietentereftalat sau metale inoxidabile, dispune de un racord de injectare a unui gaz portant inert, oxidant sau reductor, pe directia axiala a corpului cilindric al reactorului, tangential cu sectiunea convexa a primului amestecator static si de doua racorduri pentru injectarea solutiilor/suspensiilor apoase ale unor compusi, saruri sau hidroxizi ai metalelor alcalino-pamantaoase si respectiv a solutiei de silicat alcalin, perpendicular pe suprafata convexa a amestecatoarelor statice. Amestecatoarele statice se pot deplasa in plan orizontal, paralel cu axul cilindrului dispozitivului, pentru pozitionarea optima a injectiei solutiilor iar pozitia de functionare a reactorului este orizontala sau inclinata cu 30...45 grd, pe directia de evacuare a produsilor de reactie. Geometria dispozitivului si amestecatoarelor statice lenticulare, corelata cu viteza de circulatie a amestecului gaz/lichid, asigura recircularea turbionara partiala a produsului de reactie hidrogel de silicati-produsi de reactie, la intrarea gazului portant in reactor avand ca efect cresterea productivitatii reactorului prin posibilitatea de marire a concentratiei solutiilor reactantilor fara modificarea granulometriei precipitatului hidrogel.

3. Nanogeluri si microgeluri cu concentratii de 1...20% greutate, respectiv micropulberi pe baza de silicati alcalino-pamantosi cu granulometria de 100...1000 nm respectiv 1...50 micrometri cu pH-ul cuprins intre 7,5 si 12 unitati, obtinute prin reactii de precipitare in flux continuu pe suprafata convexa a unor amestecatoare statice cu profil lenticular, a unei solutii de formiat sau clorura alcalino-pamantaoasa cu o solutie de silicat de sodiu, intrun jet de gaz portant, uzual aer, conform revendicarilor 1 si 2, respectiv a exemplurilor de realizare a inventiei 1, 2 si 3, cu aplicabilitate in domeniul medicinei dentare si a ingineriei materialelor.

Ing. A.K. L.A. June. Peter Jelu

23
24

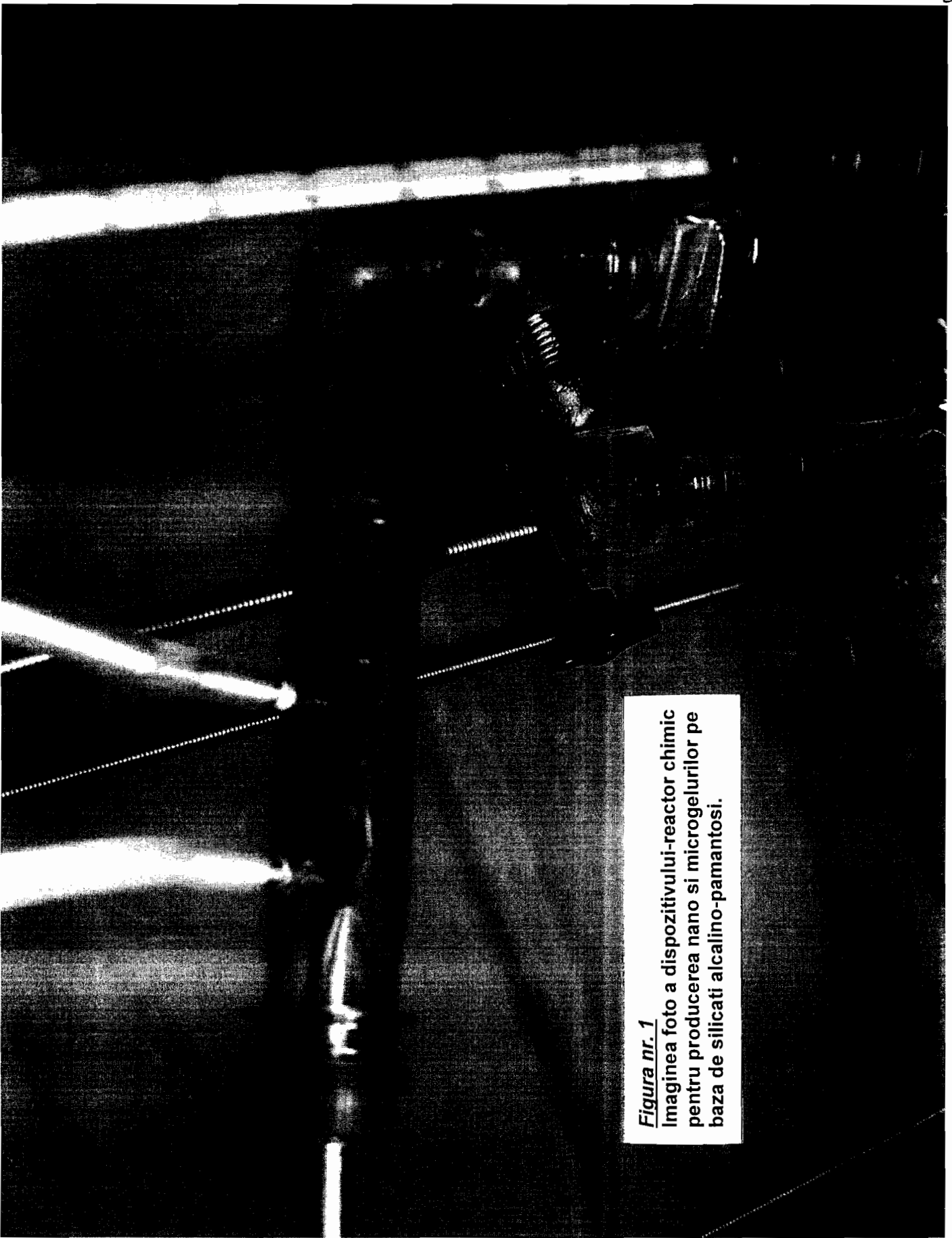
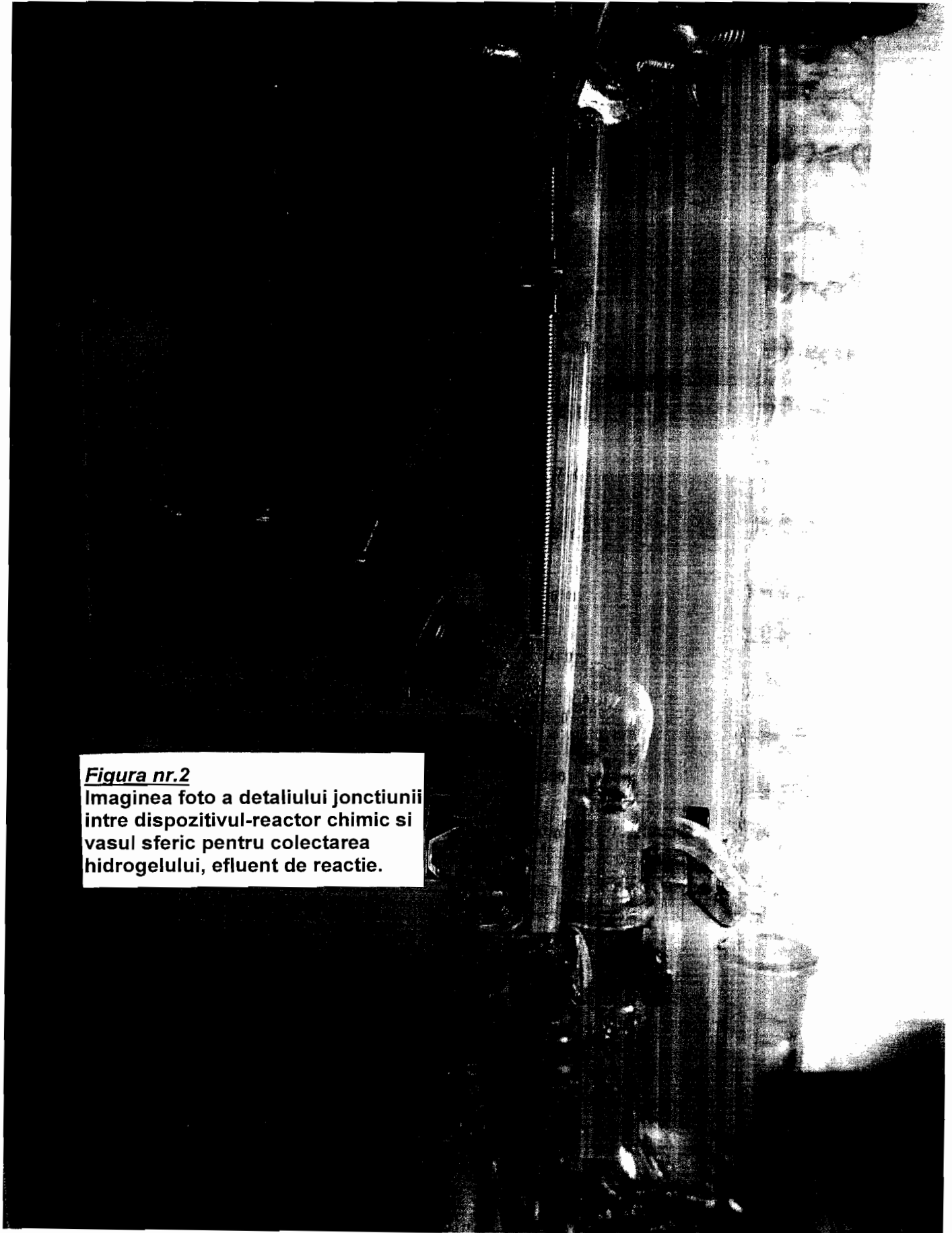


Figura nr. 1
Imaginea foto a dispozitivului-reactor chimic
pentru producerea nano si microgelurilor pe
baza de silicati alcalino-pamantosi.

Fig. 1.1. L.H. D. H. H. H. H. H.

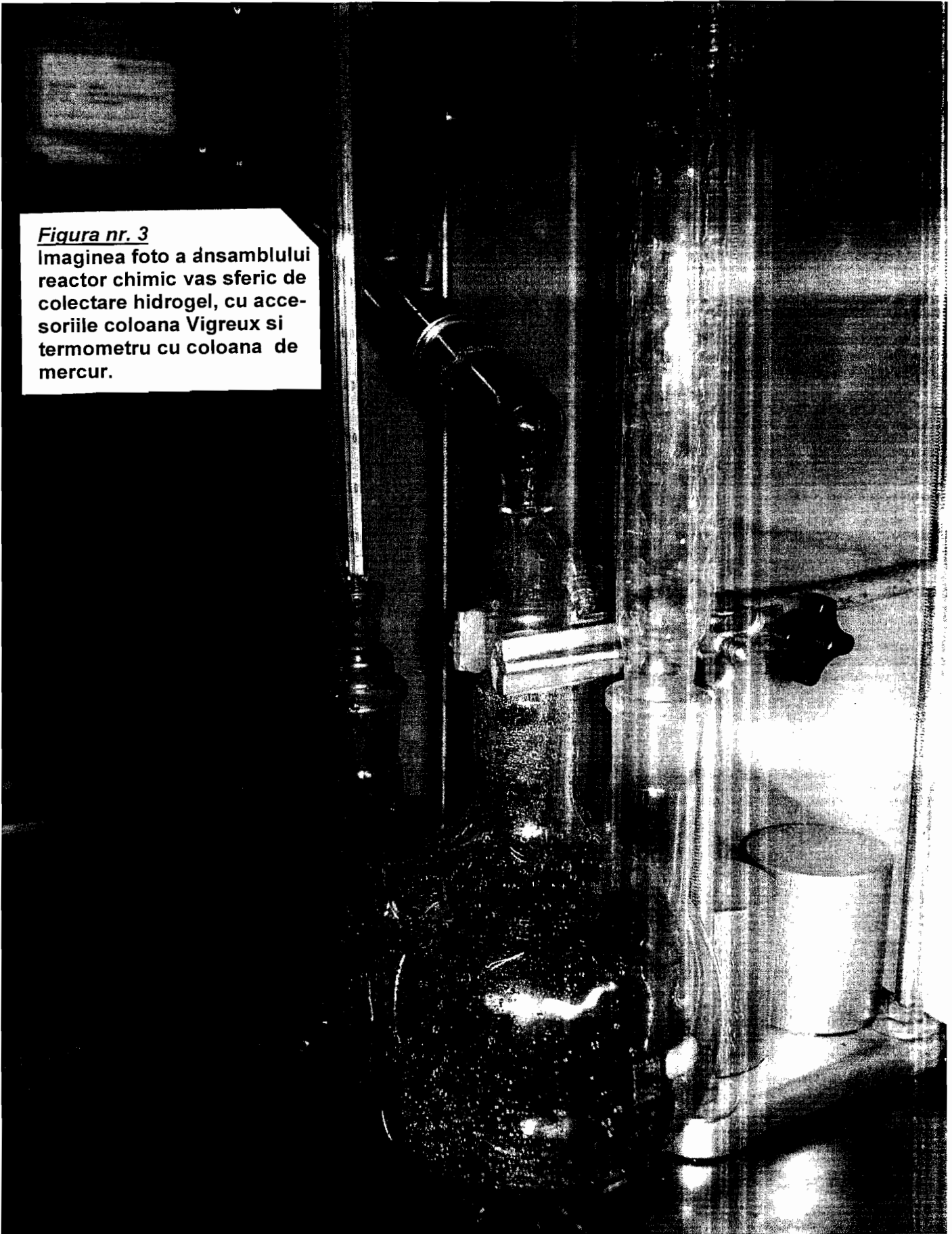
Figura nr.2
Imaginea foto a detaliului jonctiunii
intre dispozitivul-reactor chimic si
vasul sferic pentru colectarea
hidrogelului, efluent de reactie.



Amy J. H. L. J. van den Broek. J. van den Broek

Figura nr. 3

Imaginea foto a ansamblului reactor chimic vas sferic de colectare hidrogel, cu accesorii coloana Vigreux și termometru cu coloana de mercur.



Prof. Dr. H. G. L. A. H. H. H. H. H. H.

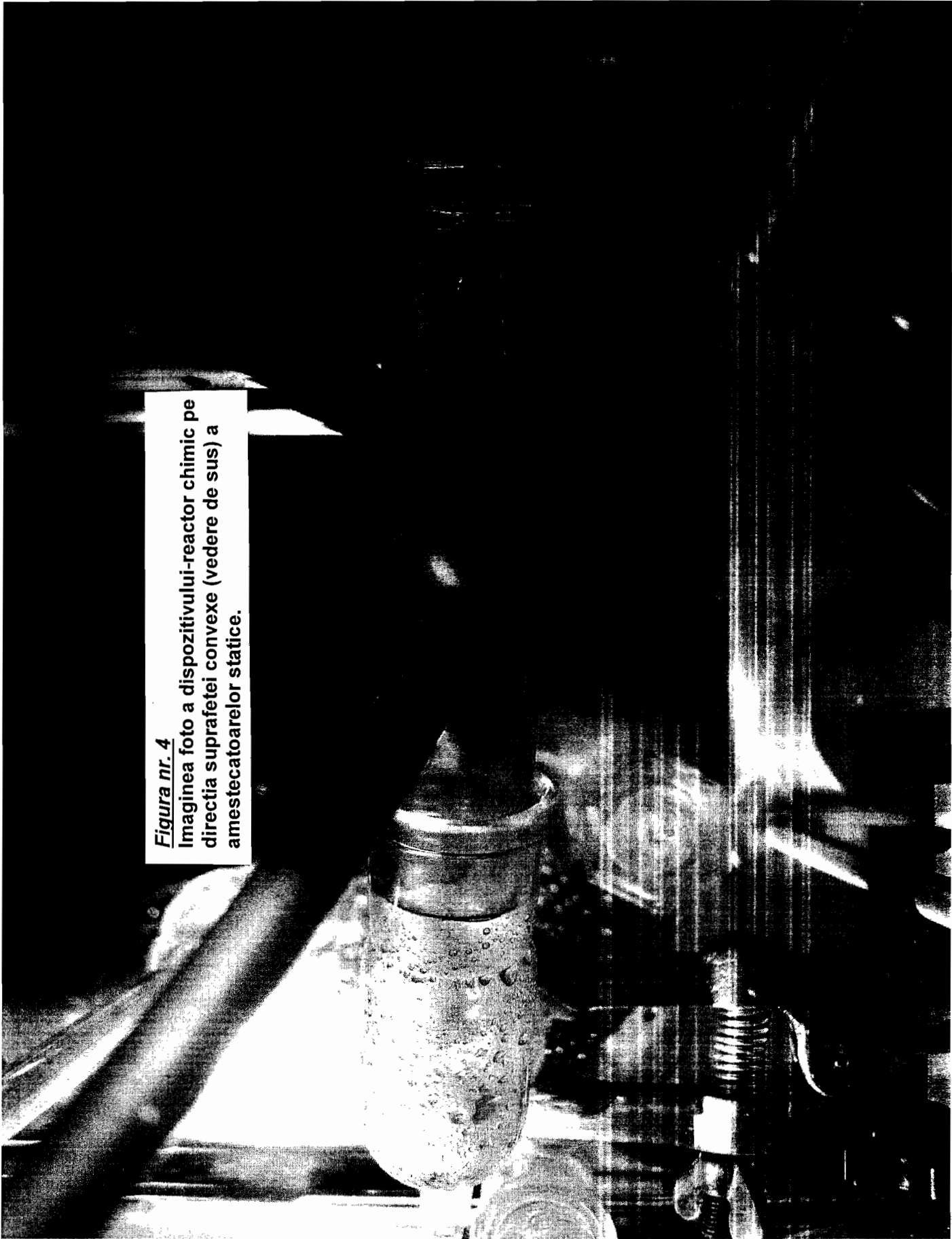


Figura nr. 4
Imaginea foto a dispozitivului-reactor chimic pe
directia suprafetei convexe (vedere de sus) a
amestecatoarelor statice.

Ing. J. R. - L. R. Inven. Alchim. L. R.

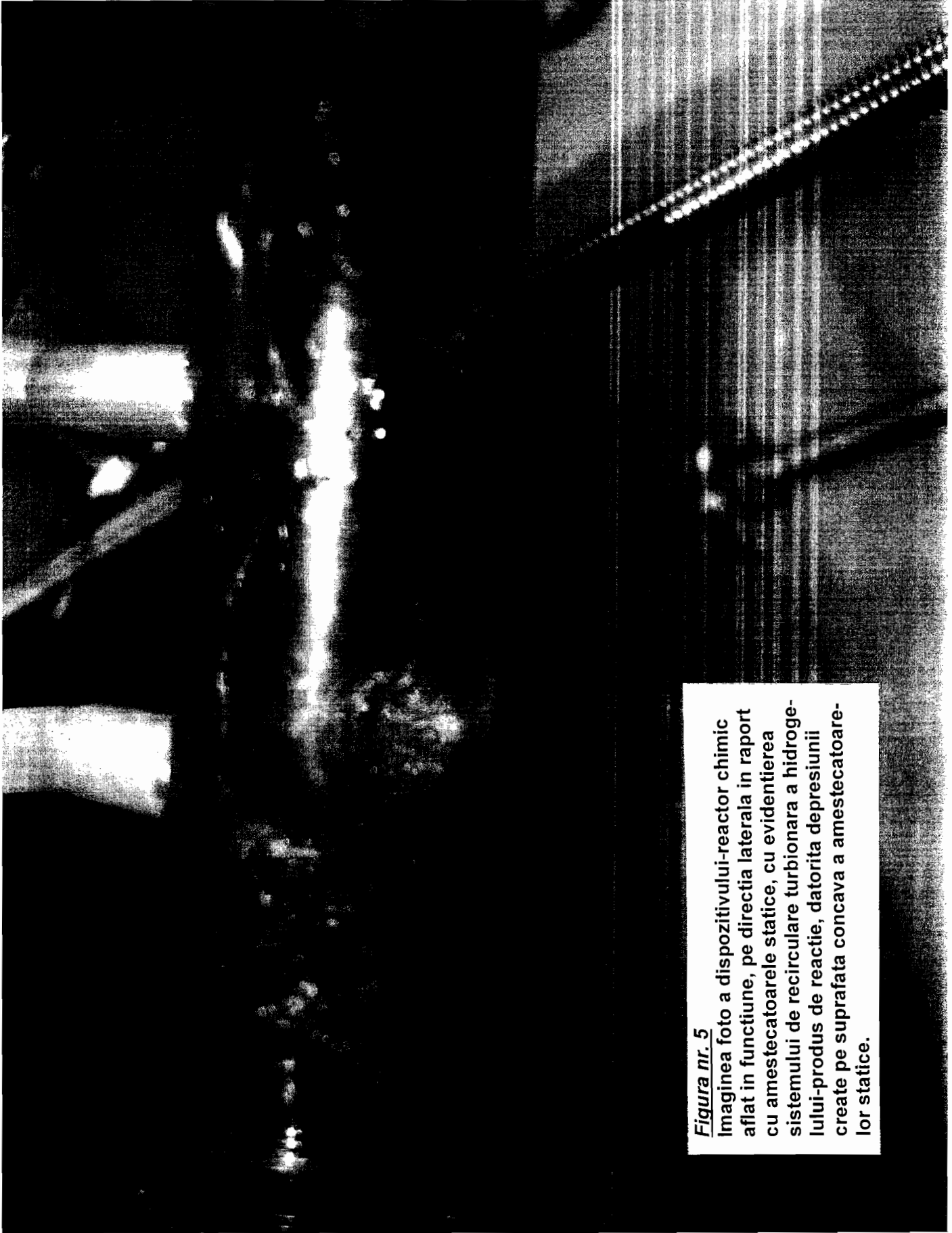


Figura nr. 5
Imaginea foto a dispozitivului-reactor chimic aflat in functiune, pe directia laterala in raport cu amestecatoarele statice, cu evidentierea sistemului de recirculare turbionara a hidrogenului-produs de reactie, datorita depresiunii create pe suprafata concava a amestecatoarelor statice.

Amza J.H. - J.H. Juncu. Bobaru J.H.

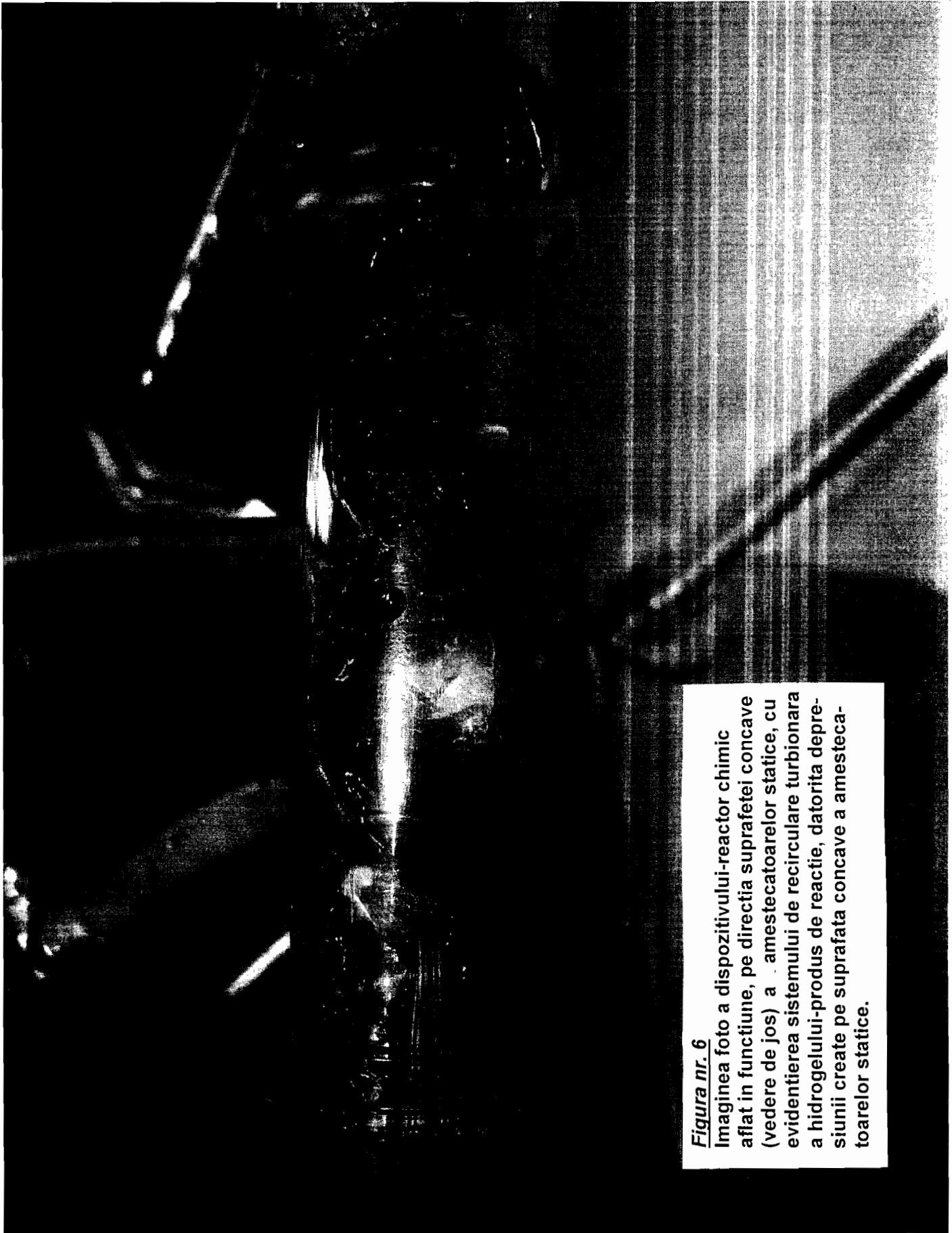


Figura nr. 6
Imaginea foto a dispozitivului-reactor chimic aflat in functiune, pe directia suprafetei concave (vedere de jos) a amestecatoarelor statice, cu evidentierea sistemului de recirculare turbionara a hidrogelului-produs de reactie, datorita depresiunii create pe suprafata concave a amestecatoarelor statice.

Prof. Dr. Ing. L. H. Ionescu, Universitatea Politehnica Bucuresti

18

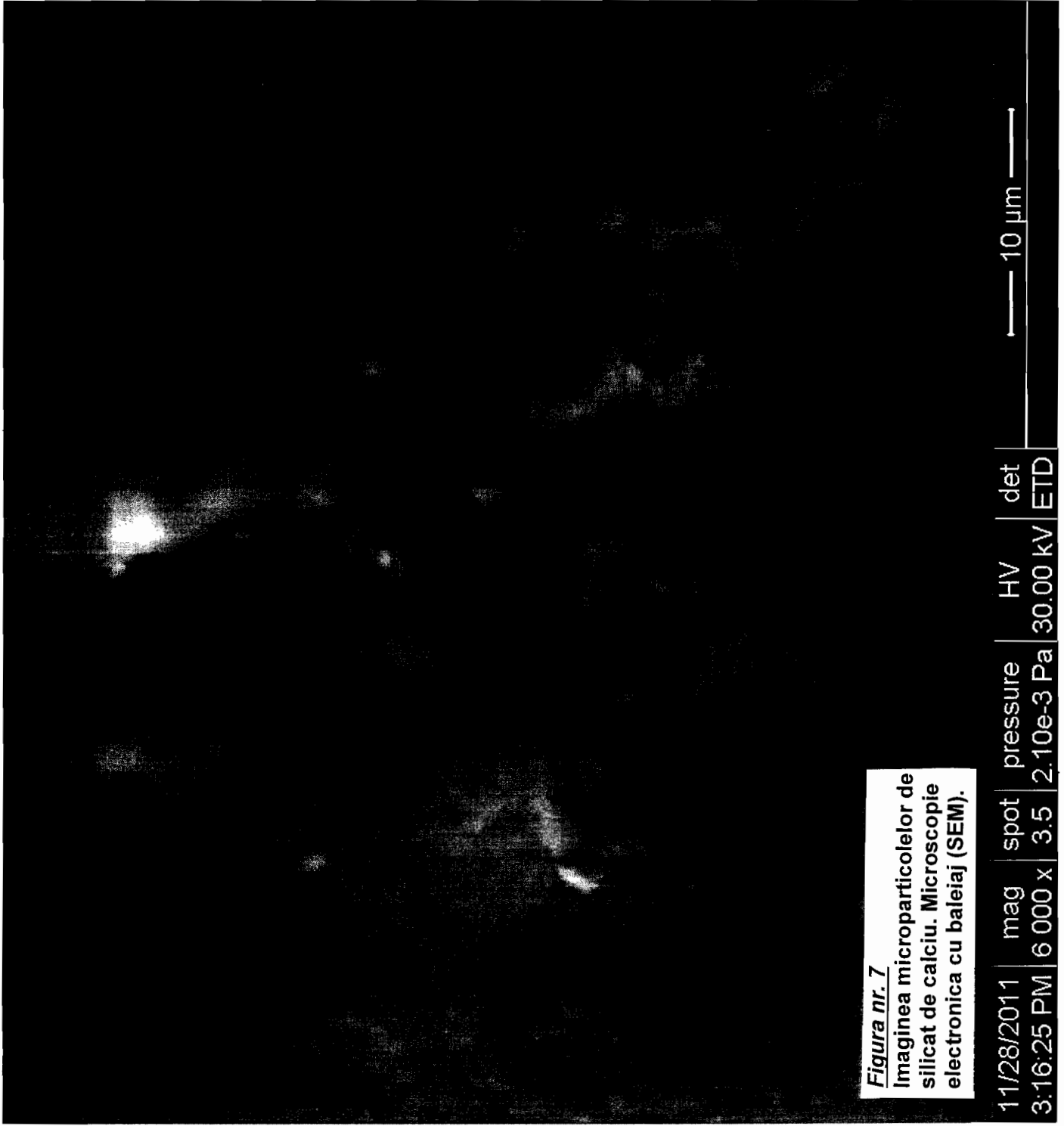
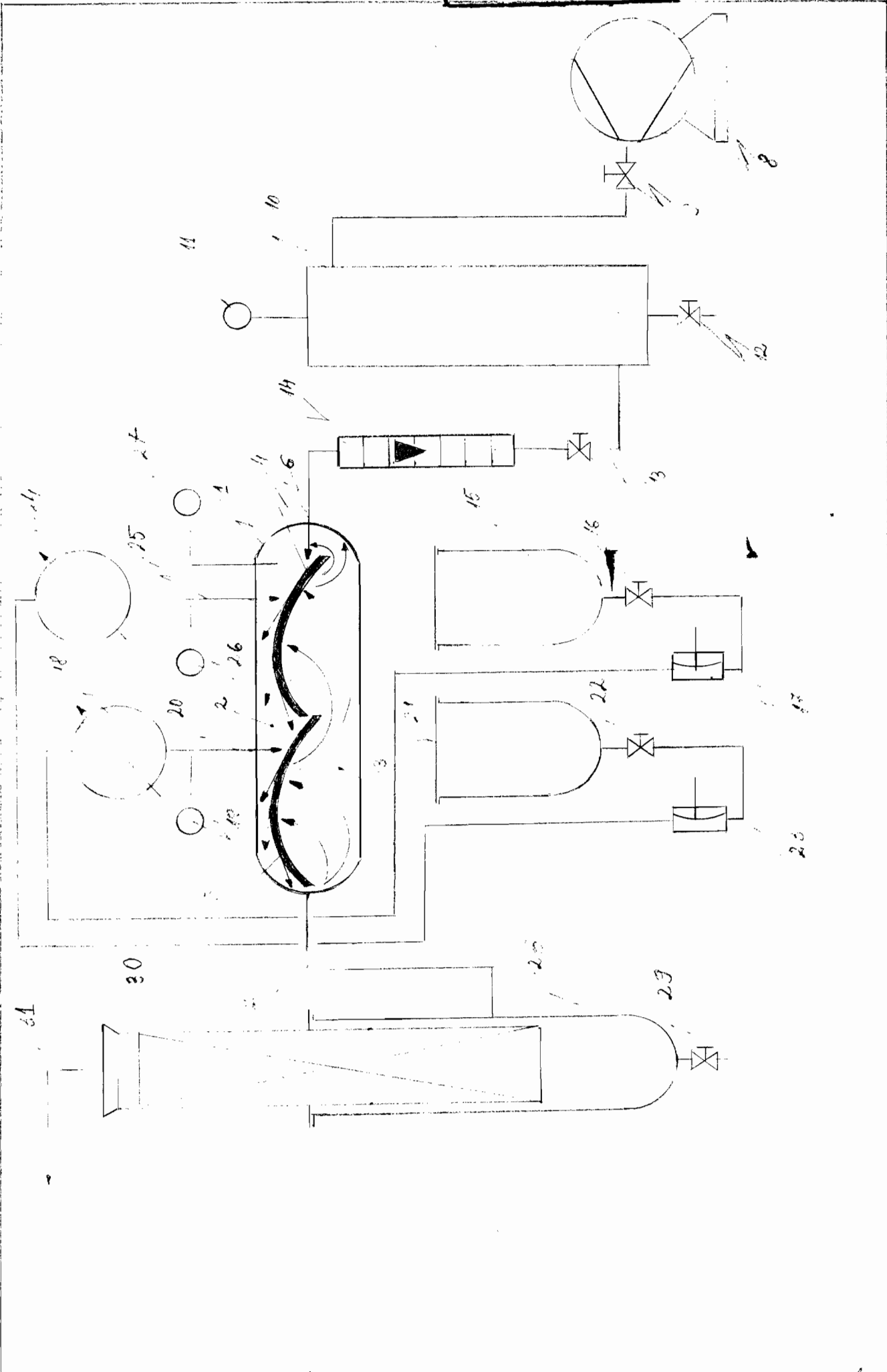


Figura nr. 7
Imaginea microparticulelor de silicat de calciu. Microscopie electronica cu baleiaj (SEM).

11/28/2011	mag	spot	pressure	HV	det
3:16:25 PM	6 000 x	3.5	2.10e-3 Pa	30.00 kV	ETD

————— 10 μ m ———

Prof. D. F. Z. H. T. J. R. B. A. S. D. A.



Jan 13 A. Ho - L. Ho Ing. Alcala, del.