



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 01253

(22) Data de depozit: 28.11.2011

(41) Data publicării cererii:
28.06.2013 BOPI nr. 6/2013

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA TEHNICĂ DIN
CLUJ-NAPOCA, STR.MEMORANDUMULUI
NR.28, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO

(72) Inventatori:
• VIDA-SIMITI IOAN, STR. BALADEI NR. 7,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• THALMAIER GYORGY, STR. OĂȘULUI
NR. 86-90, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;
• MOLDOVAN VALENTIN,
STR. PRIMĂVERII NR. 1/A, SARMASAG,
SJ, RO;

• SEHEL ARGENTINA NICULINA,
STR. PRINCIPALĂ NR. 67, GARBĂU, CJ,
RO;
• NASCA OVIDIU, STR. TEILOR NR. 7,
BL. G1, SC. A, AP. 4, CÂMPIA TURZII, CJ,
RO

(74) Mandatar:
CABINET DE PROPRIETATE
INDUSTRIALĂ CIUPAN CORNEL,
STR. MESTECENILOR NR. 6, BL. 9E, AP. 2,
CLUJ NAPOCA, JUDEȚUL CLUJ

(54) PROCEDEU ȘI DISPOZITIV DE OBTINERE A
MATERIALELOR SINTERIZATE CU STRUCTURĂ POROASĂ
GRADUALĂ PRIN SEDIMENTAREA GRAVITAȚIONALĂ A
PULBERILOR

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu și la un dispozitiv pentru obținerea materialelor sinterizate, cu porozitate graduală, obținute prin sedimentarea gravitațională a pulberilor, materialele fiind utilizate ca elemente filtrante sau ca membrane poroase, pentru diferite aplicații industriale și medicale. Procedeu conform invenției constă în dispersarea prealabilă a masei de pulbere metalică în apă distilată, după care acesta se toarnă în incinta (2) de sedimentare, în care se află apă distilată și un agent defloculant, sedimentarea realizându-se într-o matriță (6), materialul sedimentat se usucă într-o etuvă, timp de 1 h, la o temperatură de 110°C, iar apoi se sinterizează în cuptoare de sinterizare, la parametri tehnologici care depind de natura materialului sinterizat și de gradul de sinterizare dorit. Dispozitivul conform invenției este constituit din patru incinte de sedimentare, de forma unor coloane (2) de sticlă, fixate și etanșate între capacul (3) inferior și capacul (4) superior, și patru matrițe (6) cu orificii de drenare a apei.

Revendicări: 3
Figuri: 6

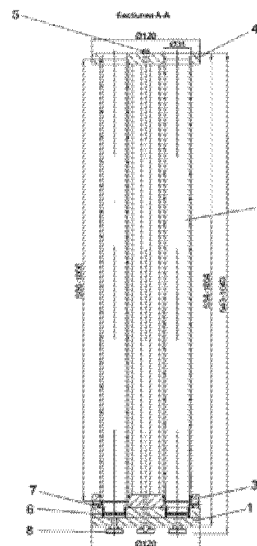


Fig. 5

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).



a 204 01253
28-11-2001

Procedeu și dispozitiv de obținere a materialelor sinterizate cu structură poroasă graduală prin sedimentarea gravitațională a pulberilor

Invenția se referă la un procedeu și la un dispozitiv pentru obținerea materialelor sinterizate cu porozitate graduală obținute prin sedimentarea gravitațională a pulberilor. Aceste materiale pot fi utilizate ca elemente filtrante sau ca membrane poroase pentru diferite aplicații industriale și medicale.

Structura poroasă graduală este caracterizată de modificarea pe grosime a parametrilor structurali (porozitatea, dimensiunea porilor, suprafața specifică a porilor) și a proprietăților fizico-mecanice. Această structură își pune amprenta asupra funcționalității în sensul posibilității îmbunătățirii proprietăților filtrante (capacitatea de reținere a impurităților, finețea de filtrare, potențialul capilar și permeabilitatea) și a materialelor care prin funcționare necesită un gradient al proprietăților fizico-mecanice (de exemplu structurile osoase în organism). O asemenea structură prezintă în cazul aplicării pentru fabricarea filtrelor, calități de filtrație și permeabilitate mult îmbunătățite.

Datorită avantajelor și caracteristicilor specifice pe care le conferă, materialele cu gradient structural (anizotropie a structurii și a proprietăților) prezintă un interes crescând în tehnica modernă, având o aplicabilitate largă în diferite ramuri ale industriei, medicină, chimie, protecția mediului etc. Până în prezent, printr-o mare varietate de procedee sunt obținute diverse materiale cu gradient structural ca materiale permeabile (filtre, membrane cu aplicații în industrie, agricultură, medicină), biomateriale etc.

Materialele poroase cu gradient de porozitate asigură caracteristici de separare și exploatare mai eficiente în comparație cu structurile poroase permeabile simetrice. Astfel, stratul poros subțire cu pori de dimensiuni mici asigură finețea de separare corespunzătoare, iar straturile suport de grosime mai mare, cu pori mai mari, asigură o permeabilitate bună respectiv curgerea fluidului cu pierdere de presiune cât mai redusă.

Patentul US 6,225,246 B1 (2001), „Functionally gradient ceramic structures” prezintă un mod de obținere a materialelor ceramice poroase cu gradient funcțional cu variație controlată a dimensiunii porilor pe grosime prin sedimentare și sinterizarea pulberilor de natură ceramică de alumina, bioxid de siliciu, bioxid de zirconiu și oxid de ytriu având distribuția granulometrică 0.1

– 10 μm. Regimul de sinterizare propus este: temperaturi între 1150 - 1400°C, durata de 10 ore în funcție de materialul pulberii și de dimensiunea particulelor.

Dezavantajul major al acestei invenții este aplicarea numai la pulberi ceramice ce necesită regimuri de sinterizare la valori ridicate.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția propusă este de a elabora un procedeu și un dispozitiv de sedimentare care să permită obținerea materialelor sinterizate cu porozitate graduală prin sedimentarea gravitațională a pulberilor.

Procedeeul de obținere a materialelor sinterizate prin sedimentarea gravitațională, conform invenției, înlătură dezavantajele soluțiilor cunoscute prin faptul că asigură o structură poroasă graduală cu variație continuă a parametrilor structurali respectiv porozitatea, dimensiunea porilor și suprafața specifică a porilor și în cazul utilizării pulberilor de natură metalică, care necesită regimuri tehnologice de sinterizare mult mai puțin intense.

Dispozitivul propus pentru realizarea sedimentării gravitaționale a pulberilor, conform invenției, înlătură dezavantajele soluțiilor cunoscute prin faptul că asigură sedimentarea simultană fără turbulențe a pulberii în patru matrițe, evită efectul perturbator al pereților tuburilor în cursul sedimentării, eliminarea și drenarea apei din tuburi și din masa de pulbere sedimentată, montarea și demontarea ușoară a matriței cu pulberea sedimentată.

Tehnica sedimentării gravitaționale a pulberilor din suspensie (fig. 1.) poate asigura obținerea unor materiale poroase cu gradient de porozitate, bazată pe viteza de sedimentare diferită în funcție de mărimea și forma particulelor de pulbere, conform relației lui Stokes:

$$v_d = \frac{d^2 \cdot (\rho_p - \rho_l) \cdot g}{18\eta} \quad (1.1)$$

unde:

v_d este viteza de sedimentare a particulei de diametru d ,

ρ_p - densitatea materialului particulei,

ρ_l - densitatea mediului de sedimentare (fluidului)

g - accelerația gravitațională

h - vâscozitatea mediului de sedimentare

Conform relației lui Stokes, viteza de sedimentare este cu atât mai mare cu cât mărimea particulei care sedimentează din suspensie este mai mare și vâscozitatea fluidului suspensiei este mai mică. Se pot obține astfel structuri poroase formate din straturi de diverse granulații ale pulberii respectiv structuri graduale cu variație continuă a dimensiunii porilor (fig. 2).

Particulele de pulberi metalice sau ceramice cu o repartiție granulometrică dată se sedimentează succesiv în cavitatea matriței dispozitivului cu viteze de sedimentare diferite în funcție de dimensiunea acestora (fig.1). Cele mai mari particule (d_1) se sedimentează cu viteza cea mai mare, în timpul cel mai scurt, iar cele mai mici (d_n) cu viteza cea mai mică. Se obțin astfel straturi succesive de pulbere cu granulație descrescătoare de jos în sus ($d_1 > d_2 > \dots > d_n$ - fig.2). După drenarea, uscarea și sinterizarea masei de pulbere sedimentată în matriță, materialul poros obținut are o structură poroasă graduală pe grosime cu porozitate și dimensiuni de pori (D_p) descrescătoare ($D_{p1} > D_{p2} > \dots > D_{pn}$ - fig.2) corespunzător dimensiunii particulelor din fiecare strat.

Ca mediu de sedimentare se poate folosi apa distilată. Pulberea se dispersează în prealabil în 5 ml apă distilată, iar apoi se toarnă în cilindrul de sedimentare (2). Pentru evitarea coagulării (floculării) particulelor mari cu cele de dimensiuni mici se toarnă în suspensia de sedimentare un agent defloculant de tipul detergenților comerciali în concentrații ce depind de materialul și forma particulelor de pulbere.

Parametrii care influențează comportarea particulelor de pulbere în procesul de sedimentare sunt: densitatea particulelor, mărimea și forma particulelor, densitatea și vâscozitatea fluidului de sedimentare, concentrația particulelor în suspensie și tendința mai mult sau mai puțin accentuată a particulelor de a se influența unele pe altele în cursul sedimentării.

Pulberea sedimentată în matriță se supune uscării în etuvă la circa 110°C, timp de o oră.

Sinterizarea pulberii sedimentate și uscate în matriță se realizează în cuptoare de sinterizare la parametri tehnologici optimi ale căror valori depind de materialul pulberii și de gradul de sinterizare dorit sau impus pentru asigurarea structurii poroase optime ținându-se seama și de diferența de granulație a straturilor de pulbere. În cazul pulberilor metalice uzuale pentru materiale poroase, temperatura (700- 1150°C) și durata de sinterizare (10-30 minute) sunt mult mai reduse decât în cazul celor de natură ceramică.

Procedeu se poate aplica și la sedimentarea pulberilor de formă sferică sau neregulată din cupru, bronz, oțel inoxidabil, titan, nichel precum și la cele de natură ceramică, în domeniul

de variație al repartiției granulometrice cuprins între (0- 315) μm . În funcție de dimensiunile particulelor de pulbere se pot obține materiale poroase permeabile și membrane filtrante cu dimensiuni de pori de ordinul submicronilor și micronilor ce asigură procesele de microfiltrare a fluidelor.

Procedeele sedimentării gravitaționale a pulberilor din suspensie propus oferă multiple avantaje de obținere a structurilor poroase graduale sinterizate în comparație cu alte procedee ale metalurgiei pulberilor, printre care se pot aminti următoarele: nu necesită instalații și utilaje speciale de formare, consum de energie relativ scăzut în comparație cu procedeele alternative de obținere a structurilor poroase graduale. În plus, controlul grosimii stratului depus prin sedimentare este ușor de făcut depinzând de cantitatea de pulbere a fracției granulometrice și se apropie ca valori de grosimea straturilor laminate care este de ordinul zecilor de microni.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legatură cu figurile 1-6, care reprezintă:

- Figura 1, Schema de principiu a sedimentării gravitaționale;
- Figura 2, Modelul structurii poroase graduale obținută prin sedimentarea pulberii;
- Figura 3, Dispozitivul de sedimentare- vedere principală;
- Figura 4, Secțiune cu un plan B-B a dispozitivului din figura 3;
- Figura 5, Secțiune cu un plan A-A a dispozitivului din figura 3;
- Figura 6, Matrița de sedimentare.

Dispozitivul de sedimentare propus este prevăzut cu mai multe tuburi de sticlă (pentru sedimentări simultane) având înălțimea cuprinsă între 500 și 1000 mm, aleasă în funcție de materialul pulberii.

Conform figurii 5, dispozitivul de sedimentare se compune dintr-un suport 1 care susține 4 coloane de sticlă ca incinte de sedimentare (2), fixate și etansate între capacul inferior 3 și capacul superior 4. Ansamblul este fixat în poziție verticală cu ajutorul tijei de fixare 5. În suportul 1 sunt prelucrate patru locașuri pentru dispunerea matrițelor de sedimentare 6. Suruburile 7 și 8 asigură deschiderea orificiilor de drenare a apei din coloanele de sedimentare și respectiv cavitatea matrițelor.

Matrița are orificii pentru o prealabilă drenare a apei înainte de uscare (fig.6). Matrița de sedimentare are secțiune circulară cu o parte de formă cilindrică și o parte conică. Conicitatea evită depunerea în cavitatea matriței a pulberii în surplus care s-ar sedimenta pe partea frontală,

plană, a matriței. Orificiile din fundul matriței asigură drenarea apei din masa pulberii sedimentate înainte de operația de uscare. Diametrul exterior al matriței este inferior diametrului interior al coloanei de sticlă pentru a evita efectul perturbator al unei curgeri turbulente constatate în cursul sedimentării în vecinătatea peretelui coloanei.

Bibliografie

Patent no. US 6,225,246 B1 (2001), Functionally gradient ceramic structures;

REVEDICĂRI

1. Procedeu de obținere a materialelor poroase sinterizate graduale **caracterizat prin aceea că**, pentru a se obține materiale poroase sinterizate cu structuri poroase având dimensiuni ale porilor variabile pe grosimea stratului materialului, constă în dispersarea prealabilă a masei de pulbere de natură metalică în apă distilată după care se toarnă în incinta de sedimentare (2), în care se află apă distilată și un agent defloculant de tipul detergenților comerciali, lasându-se un timp pentru sedimentarea gravitațională cu viteze diferite a pulberii în matrița (6) după care pulberea se usucă în etuvă la circa 110°C, timp de o oră, iar apoi se sinterizează în cuptoare de sinterizare la parametri tehnologici care depind de materialul pulberii și de gradul de sinterizare dorit.
2. Dispozitiv de sedimentare **caracterizat prin aceea că** este alcătuit dintr-un suport (1) care susține 4 coloane de sticlă (2), cu rol de incinte de sedimentare, fixate și etanșate între capacul inferior (3) și capacul superior (4), ansamblul fiind fixat în poziție verticală cu ajutorul tijei de fixare (5), suportul (1) având patru locașuri, dispuse în dreptul coloanelor de sticlă și utilizate pentru fixarea a patru matrițe de sedimentare (6), șuruburile (7) și (8) asigurând deschiderea orificiilor de drenare a apei din coloanele de sedimentare și din cavitatea matrițelor.
3. Dispozitiv de sedimentare, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, matrița de sedimentare (6) are secțiune circulară cu o parte de formă cilindrică și o parte conică cu rol de evitare a depunerii surplusului de pulbere în cavitatea matriței, iar orificiile de la partea inferioară a matriței fiind utilizate pentru drenarea apei din masa pulberii sedimentate înainte de operația de uscare, diametrul exterior al matriței fiind inferior diametrului interior al coloanei de sticlă (2) pentru a se evita efectul perturbator al unei curgeri constatate turbulente în cursul sedimentării în vecinătatea peretelui coloanei.

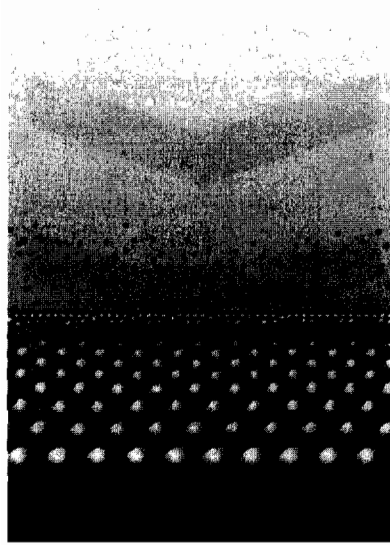


Figura 1

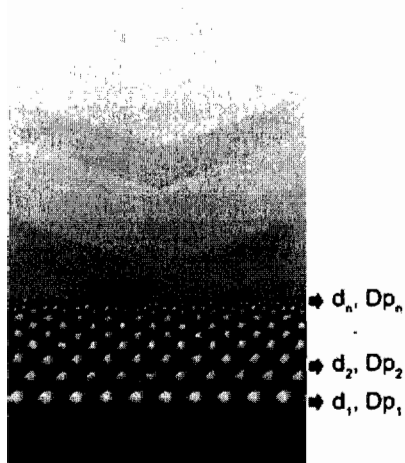


Figura 2

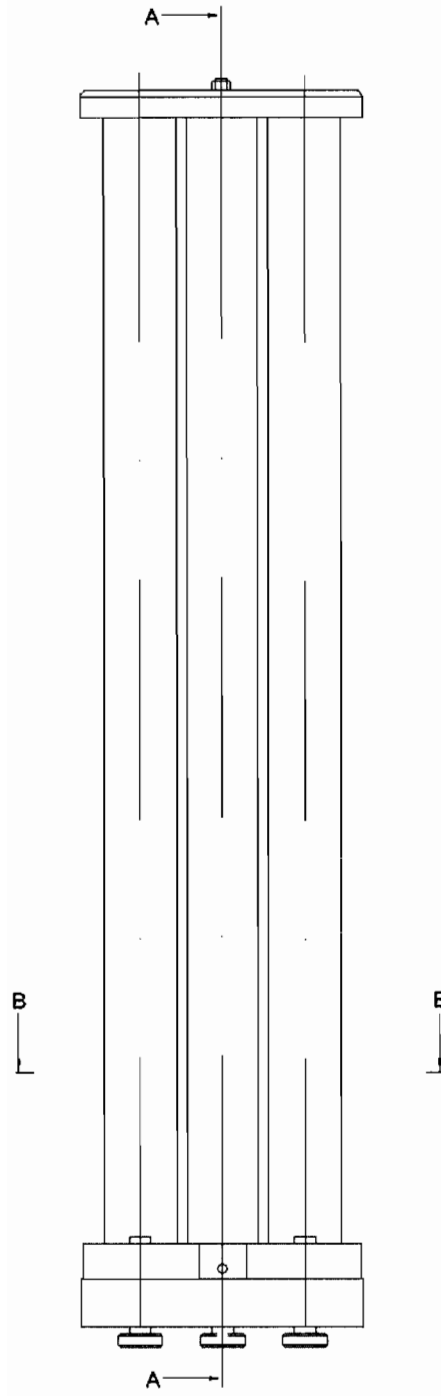


Figura 3

Sectiunea B-B

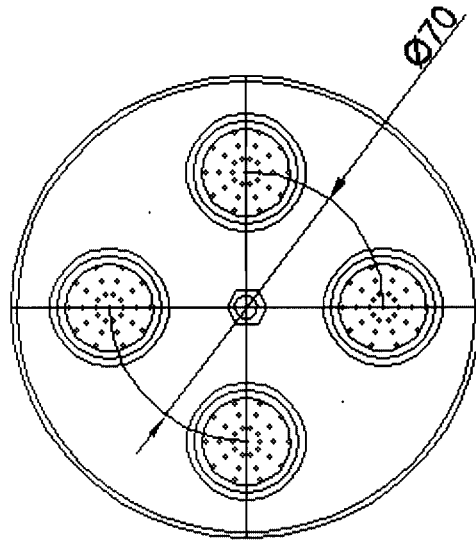


Figura 4

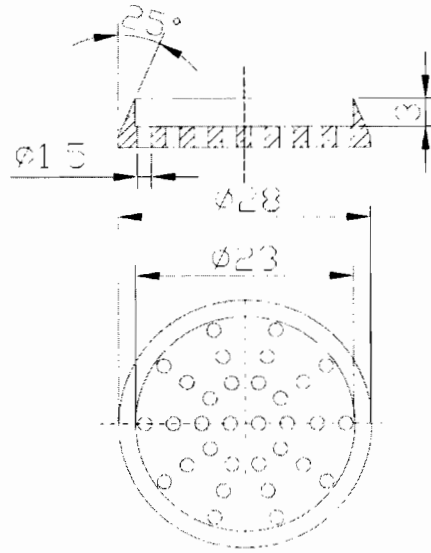


Figura 6