



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2013 00306

(22) Data de depozit: 18.04.2013

(41) Data publicării cererii:  
30.12.2014 BOPI nr. 12/2014

(71) Solicitant:  
• AMD INITIATIVE S.R.L.,  
ALEEA COMPOZITORILOR NR.6 A, BL.822,  
SC.C, AP.115, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,  
RO

(72) Inventatori:  
• ALBULESCU CARMEN,  
DRUMUL TABEREI NR.39, BL.O S 4, SC.D,  
AP.154, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;  
• IONIȚĂ TUDOR MIHNEA,  
ALEEA COMPOZITORILOR NR.6A, SC.C,  
AP.115, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDURĂ DE OBTINERE ȘI PRODUSE MINERALE  
STRUCTURATE MODIFICATE PRIN SCHIMB IONIC ȘI  
PRETRATAMENTE HOMOIONICE ȘI/SAU DE ANHIDRIZARE

(57) Rezumat:

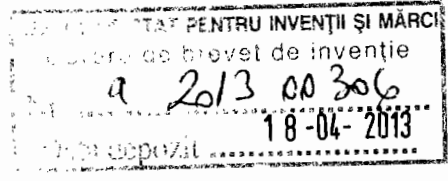
Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui produs mineral modificat, utilizat în tratarea fluidelor contaminate. Procedeu conform invenției constă în pretratarea unui material silicatic/ aluminosilicatic cu 0,1...5% soluții donoare de ioni de sodiu, timp de 4...48 h, la o temperatură de 20...30°C, materialul solid este uscat până la o umiditate de 1...5%, după care

este supus schimbului ionic cu 0,1...10% soluții de sare ale unor cationi de metale alcaline sau alcalinopământoase, la o temperatură de 20...30°C, timp de 3...15 min, din care rezultă un produs modificat, având o umiditate de 3...10% și o granulație de 20...100 μm.

Revendicări: 8



10



**DESCRIEREA INVENTIEI**

Prezenta inventie se refera la procedura si produse minerale structurate obtinute prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare pentru retinerea de impurificatori din fluide contaminate si inducerea de efecte microbiostatice/microbiocide , utilizand o procedura combinata fizica de preconditionare cu radiatii infrarosii, pentru obtinerea de materiale minerale de tip silicat sau aluminosilicat structurate prin anhidrizare controlata si preconditionare chimica pentru obtinerea unui material homoionic, urmata de schimbul ionic cu solutii de saruri metalice sau acizi, pentru reducerea cu 20-99% a concentratiei impurificatorilor substante polare din fluide hidrofobe contaminate sau inhibarea cresterii microbiene pentru tulpini bacteriene sau fungice.

In prezent, sunt cunoscute proceduri de schimb ionic pentru obtinerea de materiale aluminosilicaticice modificate, pentru inducerea de efecte speciale, fara pretratarea materialului de baza, cu o eficienta de schimb de 0.1-8% ioni de schimb.

Cele mai multe proceduri utilizeaza concentratii mari de saruri, temperaturi superioare de reactie (60-100°C), timpi de contact de 6-24 ore.

Procedura ce face obiectul prezentei inventii, inlatura neajunsurile metodelor conventionale prin scurtarea timpului de contact, scaderea temperaturilor de lucru, scaderea concentratiilor solutiilor de lucru.

Astfel, prin aplicarea pretratamentelor de schimb preliminar, pentru obtinerea unui material homoionic si/sau anhidrizarea pentru indepartarea apei de hidratare a cationilor de compensatie, sunt diminuati timpii de contact cu 20-80%, temperaturile de reactie cu 30-80%, concentratiile solutiilor, cu 60-90%.

Ca optimizare a procedurii, a fost aplicata o tehnologie in pat fix, cu recircularea solutiilor de tratare a materialelor pretratate, reducand astfel energiile necesare amestecarii, efectele abraziunii intre particulele de material si asupra echipamentului.

In prezent, sunt cunoscute proceduri de schimb ionic pentru obtinerea de materiale modificate in solutii de cationi combinati (reactii competitive), conform EPA 0270129.

De asemenea, se cunosc proceduri si materiale obtinute prin impregnare, la temperaturi mari si cu concentratii superioare de cationi de schimb, conform USPat 5256390.

Dezavantajele metodelor cunoscute constau in faptul ca prin utilizarea de saruri sau acizi in scopul tratarii materialelor silicaticice sau aluminosilicaticice in stare bruta, este obligatorie utilizarea de conditii drastice de schimb (concentratia solutiilor, temperatura de lucru, raportul cantitate solutie/material solid) pentru atingerea echilibrului si obtinerea unui schimb rezonabil fata de cationii initiali (20-60%).

Prezenta procedura face posibil schimbul ionic in conditii mult lai blande (concentratii ale solutiilor de 0.1 – 10%, timpi de contact de pana la 2 ore, temperaturi de 20-30°C, rapoarte solutie de schimb la material solid de 1/1-1/3). Acest lucru este posibil prin faptul ca materialul silicatic/aluminosilicatic initial este pretrat, in sensul omogenitatii ionilor de compensatie (preponderent de sodiu) si indepartarii moleculelor de apa de hidratare a ionilor de compensatie, ceea ce face posibil un schimb ionic mai eficient (ca viteza si consumuri de substanta si energie).

In continuare, se dau exemple legate de obtinerea materialelor prin schimb ionic, cu etape de pretratament:

#### Exemplul 1. Pretratament homoionic (cu sodiu)

100 g material aluminosilicatic clinoptilolitic, sau orice alt material silicatic/aluminosilicatic natural sau de sinteza, este contactat cu solutii donoare de ioni de sodiu, de tip sare (clorura, sulfat, azotat, acetat, orice sare solubila) sau hidroxid, in concentratie de 0.1-5%, mai bine, 0.5-1%, cu un timp de contact necesar stabilirii echilibrului, de 4-48 ore, mai bine, 6-24 ore, la temperatura de 20-30°C, in raport solid/lichid de 1/0.5-1/3.

Dupa definitivarea pretratamentului, materialul solid este separat prin centrifugare si uscat pana la umiditatea de 1-5%. Se obtine un material pretratat homoionic, cu o concentratie de ioni de sodiu de 30-80% din totalitatea ionilor de compensatie.

#### Exemplul 2. Pretratament de deshidratare a apei de hidratare a cationilor de compensatie

100 g material aluminosilicatic clinoptilolitic, sau orice alt material silicatic/aluminosilicatic natural sau de sinteza, este supus deshidratarii, intr-un echipament vibrator cu sursa IR, un timp de 0.5-8 ore, mai bine, 1-4 ore, pana la o umiditate de 0%. Materialul astfel obtinut este conservat in conditii speciale de etansare (recipient aluminizat, in incinta uscata), pentru un timp de 1-7 zile.

In continuare, se da un exemplu legate de obtinere a materialelor prin schimb ionic, pornind de la material pretratat homoionic sau prin deshidratare:

100 g material pretratat homoionic sau prin deshidratare, este supus schimbului ionic cu solutii de sare (ale unor cationi de metale alcaline, alcalinopamantoase sau grele, amoniu sau cationi organici) sau acid, in concentratii de 0,1-10%, mai bine, 0,5-5%, raport solid/lichid 1/1-1/5, in coloana cu recirculare, temperatura de lucru 20-30°C, cu un timp de contact/trecere de 3-15 minute, mai bine, 5-8 minute. Se obtin materiale schimbate cu cationi metalici sau protoni, in proportie de 20-80% fata de cantitatea initiala de cationi de compensatie. Indepartarea solutiei se face prin centrifugare, conditionarea materialului se face prin uscare, macinare si separare granulometrica, obtinandu-se un material final cu umiditate de 3-10% si granulatie de 0-200 microni, mai bine, 20-100 microni.

In continuare, se da un exemplu de utilizare a unui produs mineral structurat modificat prin schimb ionic cu cupru, in privinta efectului microbiostatic:

Produsul obtinut, continand 0.25% cupru ionic, a fost testat ca dezvoltare a zonei de inhibitie pe o cultura de *Staphylococcus aureus* standardizata. S-a pus in evidenta o zona de inhibitie de 1-2.2 mm, corespunzatoare unui efect bun antimicrobian.

In continuare, se da un exemplu de utilizare a unui produs mineral structurat modificat prin schimb ionic cu protoni, in privinta efectului absorbant pe o proba de ulei brut de floarea soarelui degumat:

Produsul obtinut, continand 0.03% protoni, a fost testat pentru purificarea unei probe de ulei brut de floarea soarelui degumat, in conditii standard de analiza: concentratie absorbant 0.5-1% fata de ulei, agitare 300rpm, timp de actiune 20 minute, temperatura 100°C. Produsul a actionat in sensul reducerii culorii fata de proba initiala cu 40-80%, in functie de concentratia utilizata.



## REVENDICARI

1. Procedura de obtinere si produse minerale structurate modificate prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare, **caracterizata prin aceea ca procedura** aplica un pretratament de obtinere a unui material homoionic preponderent monoionic (20-80%)
2. Procedura de obtinere si produse minerale structurate modificate prin schimb ionic, **caracterizata prin aceea ca procedura** aplica un pretratament de deshidratare interna a cationilor de compensatie prin actiunea radiatiilor IR
3. Procedura de obtinere si produse minerale structurate modificate prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare, **caracterizata prin aceea ca procedura** utilizeaza ca materie prima materialul pretratat homoionic si contactarea acestuia cu solutii de schimb continand saruri metalice sau acizi, in concentratii de 0.1-40%, mai bine, 0.5-20%, prin tratare in vas cu agitare sau in coloana cu recirculare
4. Procedura de obtinere si produse minerale structurate modificate prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare, **caracterizata prin aceea ca procedura** utilizeaza ca materie prima materialul pretratat deshidratat si contactarea acestuia cu solutii de schimb continand saruri metalice sau acizi, in concentratii de 0.1-40%, mai bine, 0.5-20%, prin tratare in vas cu agitare sau in coloana cu recirculare
5. Procedura de obtinere si produse minerale structurate modificate prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare, **caracterizat prin aceea ca produsele minerale** obtinute dupa pretratamentul homoionic au o structura chimica nealterata si fizica omogena, obtinute prin schimbul ionic a 2-80% din totalitatea cationilor de compensatie cu cationii din solutia de schimb cu care s-a facut tratarea (amoniu, calciu, protoni, metale grele)
6. Procedura de obtinere si produse minerale structurate modificate prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare, **caracterizat prin aceea ca produsele minerale** obtinute dupa pretratamentul de deshidratare au o structura chimica nealterata si fizica omogena, obtinute prin schimbul ionic a 2-80% din totalitatea cationilor de compensatie cu cationii din solutia de schimb cu care s-a facut tratarea (amoniu, calciu, protoni, metale grele, cationi organici)
7. Procedura de obtinere si produse minerale structurate obtinute prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare, **caracterizat prin aceea ca produsele minerale** tratate de tip silicat sau aluminosilicat au efecte microbiostatice si/sau microbiocide pe tulpini bacteriene si fungice
8. Procedura de obtinere si produse minerale structurate obtinute prin schimb ionic si pretratamente homoionice si/sau de anhidrizare, **caracterizat prin aceea ca produsele minerale** tratate de tip silicat sau aluminosilicat au efecte de retinere a impurificatorilor polari (apa, de tip alcool, acid, eter, ester, alti impurificatori organici naturali si de sinteza) din medii hidrofobe, reducand cu 20-99% concentratia acestora

