



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2013 00306**

(22) Data de depozit: **18/04/2013**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/05/2017** BOPI nr. **5/2017**

(41) Data publicării cererii:  
**30/12/2014** BOPI nr. **2/2014**

(73) Titular:  
• **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**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**EP 0270129 B1; US 5256390**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A MATERIALELOR  
ALUMINOSILICATICE STRUCTURATE ȘI MODIFICATE  
ȘI MATERIALE ALUMINOSILICATICE MODIFICATE  
ȘI STRUCTURATE**



# RO 129932 B1

1 Prezenta invenție se referă la un procedeu și la produse minerale structurate, obținute  
2 prin schimb ionic și pretratamente homoionice și/sau de anhidrizare pentru reținerea de impuri-  
3 ficatori din fluide contaminate și inducerea de efecte microbiostatice/microbiocide, utilizând o  
4 procedură combinată de condiționare fizică, cu radiații infraroșii, pentru obținerea de mate-  
5 riale minerale, de tip silicat sau aluminosilicat, structurate, prin anhidrizare controlată și chimică  
6 pentru obținerea unui material homoionic, urmată de schimbul ionic cu soluții de săruri metalice  
7 sau acizi, pentru reducerea cu 20...99% a concentrației de substanțe polare impurificatoare din  
8 fluidele hidrofobe contaminate, sau pentru inhibarea creșterii microbiene pentru tulpini  
9 bacteriene sau fungice.

10 În prezent, sunt cunoscute procedee de schimb ionic pentru obținerea de materiale  
11 aluminosilicatic modificate, pentru inducerea de efecte speciale, fără pretratarea materialului  
12 de bază, cu o eficiență de schimb de 0,1...8% ioni de schimb. Astfel, din **EP 0270129 B1**, este  
13 cunoscut un zeolit antibiotic, care nu produce decolorare în timp și care are un efect antibiotic  
14 excelent. De asemenea, **US 5256390** se referă la un procedeu de obținere a unor particule  
15 zeolitice biocide, care sunt stabile la temperatură și lumină. Cele mai multe procedee utilizează  
16 concentrații mari de săruri, temperaturi superioare de reacție (60...100°C) și timpi de contact de  
17 6...24 h.

18 Dezavantajele procedeelelor cunoscute constau în faptul că, prin utilizarea de săruri sau  
19 acizi, în scopul tratării materialelor silicatic sau aluminosilicatic în stare brută, este obligatorie  
20 utilizarea de condiții drastice de schimb (concentrația soluțiilor, temperatura de lucru, raportul  
21 cantitate soluție:materiale solide) pentru atingerea echilibrului și obținerea unui schimb rezonabil  
22 față de cationii inițiali (20...60%).

23 Procedeu conform prezentei invenții înlătură dezavantajele, prin aceea că materialul  
24 aluminosilicatic este supus inițial unui pretratament prin homoionizare și/sau deshidratare, apoi  
25 unui schimb ionic cu soluții de săruri metalice sau acizi, care au o concentrație de 0,1...10%,  
26 preferabil 0,5...5%, schimbul ionic având loc la un raport solid:lichid de 1:1...1:5, la o tempe-  
27 ratură de 20...30°C, cu un timp de contact de 3...15 min, preferabil 5...8 min, urmat de operații  
28 de centrifugare, uscare, măcinare și separare granulometrică. De asemenea, procedeu con-  
29 form invenției prezintă avantajele unui timp de contact mai mic, ale temperaturilor de lucru  
30 scăzute și ale lucrului la concentrații scăzute ale soluțiilor de lucru.

31 Astfel, prin aplicarea pretratamentelor de schimb preliminar, pentru obținerea unui  
32 material homoionic și/sau anhidrizarea pentru îndepărtarea apei de hidratare a cationilor de  
33 compensație, sunt diminuați timpii de contact cu 20...80%, temperaturile de reacție cu 30...80%,  
34 concentrațiile soluțiilor cu 60...90%.

35 Ca optimizare a procedeuului, a fost aplicată o tehnologie în pat fix, cu recircularea  
36 soluțiilor de tratare a materialelor pretratate, reducând astfel energiile necesare amestecării,  
37 efectele abraziunii între particulele de material și asupra echipamentului.

38 Procedeu conform invenției face posibil schimbul ionic în condiții mult mai blânde (con-  
39 concentrații ale soluțiilor de 0,1...10%, timpi de contact de până la 2 h, temperaturi de 20...30°C,  
40 rapoarte soluție de schimb la materiale solide de 1:1...1:3). Acest lucru este posibil prin faptul că  
41 materialul silicatic/aluminosilicatic inițial este pretrat, în sensul omogenității ionilor de  
42 compensație (preponderent de sodiu) și îndepărtării moleculelor de apă de hidratare a ionilor  
43 de compensație, ceea ce face posibil un schimb ionic mai eficient (ca viteză și consumuri de  
44 substanță și energie).

45 În continuare, se dau 5 exemple de obținere a materialelor prin schimb ionic, cu etape  
de pretratament și de utilizare a acestora.

# RO 129932 B1

<b>Exemplul 1</b>	1
Pretratament homoionic (cu sodiu).	
100 g material aluminosilicatic clinoptilolitic, sau orice alt material silicatic/aluminosilicatic natural sau de sinteză, este contactat cu soluții donoare de ioni de sodiu, de tip sare (clorură, sulfat, azotat, acetat, orice sare solubilă) sau hidroxid, în concentrație de 0,1...5%, preferabil 0,5...1%, cu un timp de contact necesar stabilirii echilibrului, de 4...48 h, preferabil 6...24 h, la temperatura de 20...30°C, în raport solid:lichid de 1:0,5...1:3.	3 5 7
După definitivarea pretratamentului, materialul solid este separat prin centrifugare și uscat până la umiditatea de 1...5%. Se obține un material pretratată homoionic, cu o concentrație de ioni de sodiu de 30...80% din totalitatea ionilor de compensație.	9
<b>Exemplul 2</b>	11
Pretratament de deshidratare a apei de hidratare a cationilor de compensație.	
100 g material aluminosilicatic clinoptilolitic, sau orice alt material silicatic/aluminosilicatic natural sau de sinteză, este supus deshidratării, într-un echipament vibrator cu sursa IR, un timp de 0,5...8 h, preferabil 1...4 h, până la o umiditate de 0%. Materialul astfel obținut este conservat în condiții speciale de etanșare (recipient aluminizat, în incinta uscată), pentru un timp de 1...7 zile.	13 15 17
<b>Exemplul 3</b>	
Obținerea materialelor prin schimb ionic, pornind de la material pretratată homoionic sau prin deshidratare.	19
100 g material pretratată homoionic sau prin deshidratare este supus schimbului ionic cu soluții de sare (ale unor cationi de metale alcaline, alcalino-pământoase sau grele, amoniu sau cationi organici) sau acid, în concentrații de 0,1...10%, preferabil 0,5...5%, raport solid:lichid 1:1...1:5, în coloana cu recirculare, temperatura de lucru 20...30°C, cu un timp de contact/trecere de 3...15 min, preferabil 5...8 min. Se obțin materiale schimbate cu cationi metalici sau protoni, în proporție de 20...80% față de cantitatea inițială de cationi de compensație. Îndepărtarea soluției se face prin centrifugare, condiționarea materialului se face prin uscare, măcinare și separare granulometrică, obținându-se un material final cu umiditate de 3...10% și granulație de 0...200 μm, de preferință 20...100 μm.	21 23 25 27 29
<b>Exemplul 4</b>	
Utilizarea unui produs mineral structurat modificat prin schimb ionic cu cupru, pentru demonstrarea efectului microbiostatic.	31
Produsul obținut, conținând 0,25% cupru ionic, a fost testat ca dezvoltare a zonei de inhibiție pe o cultură de <i>Staphylococcus aureus</i> standardizată. S-a pus în evidență o zonă de inhibiție de 1...2,2 mm, corespunzătoare unui efect bun antimicrobian.	33 35
<b>Exemplul 5</b>	
Utilizarea unui produs mineral structurat modificat prin schimb ionic cu protoni, pentru demonstrarea efectului absorbant pe o probă de ulei brut de floarea soarelui degumat.	37
Produsul obținut, conținând 0,03% protoni, a fost testat pentru purificarea unei probe de ulei brut de floarea soarelui degumat, în condiții standard de analiză: concentrație absorbant 0,5...1% față de ulei, agitare 300 rpm, timp de acțiune 20 min, temperatura 100°C. Produsul a acționat în sensul reducerii culorii față de proba inițială cu 40...80%, în funcție de concentrația utilizată.	39 41 43

## Revendicări

1  
3 1. Procedeu de obținere a material aluminosilicatic structurat modificat prin schimb ionic,  
5 **caracterizat prin aceea că** materialul aluminosilicatic este supus inițial unui pretratament prin  
7 homoionizare și/sau deshidratare, apoi unui schimb ionic cu soluții de săruri metalice sau acizi,  
9 care au o concentrație de 0,1...10%, preferabil 0,5...5%, schimbul ionic având loc la un raport  
11 solid:lichid de 1:1...1:5, la o temperatură de 20...30°C, cu un timp de contact de 3...15 min, pre-  
13 ferabil 5...8 min, urmat de operații de centrifugare, uscare, măcinare și separare granulometrică.

9 2. Procedeu de obținere a material aluminosilicatic structurat modificat conform  
11 revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** pretratarea homoionică a materialului aluminosilicatic  
13 are loc prin contactarea acestuia timp de 4...48 h, preferabil 6...24 h, la o temperatură de  
15 20...30°C, cu o sare metalică solubilă sau un acid, cu o concentrație de 0,1...5%, preferabil  
17 0,5...1%, într-un raport solid:lichid de 1:0,5...1:3 urmată de uscare până la o umiditate de 1...5%.

15 3. Procedeu de obținere a material aluminosilicatic structurat modificat conform  
17 revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** pretratarea prin deshidratare se realizează prin  
19 iradiere cu o sursă IR, timp de 0,5...8 h, preferabil 1...4 h, până la îndepărtarea completă a  
21 umidității.

19 4. Material aluminosilicatic structurat, modificat prin procedeul definit în revendicarea 1,  
21 **caracterizat prin aceea că** 20...80% din cationii inițiali sunt schimbați cu cationi metalici sau  
23 protoni, și are proprietăți microbiostatice și adsorbante.

21 5. Material aluminosilicatic structurat, modificat prin procedeul definit în revendicarea 1,  
23 **caracterizat prin aceea că** are o compoziție de 30...80% monoionică a cationilor de com-  
25 pensație și poate fi utilizat ca atare în procesele de purificare prin schimb ionic.

25 6. Material aluminosilicatic structurat, modificat prin procedeul definit în revendicarea 1,  
**caracterizat prin aceea că** are o stare structurală specifică care permite pierderea apei și  
poate fi utilizat ca atare în procese de adsorbție/absorbție.

