



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: **a 2013 00899**

(22) Data de depozit: **26.11.2013**

(41) Data publicării cererii:  
**30.06.2015** BOPI nr. **6/2015**

(71) Solicitant:

- INSTITUTUL NATIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR, BD.BIRUINȚEI NR.102, PANTELIMON, IF, RO;
- ANDISOR TERMO S.R.L., STR.CIOCĂRLIEI NR.12, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

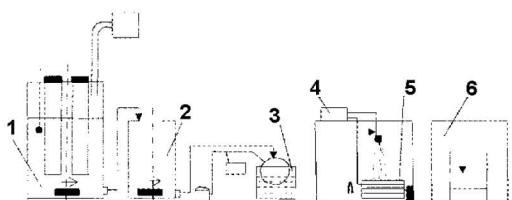
- MARA ELEONORA LUMINIȚA, STR.HUȘI NR.4, BL. B35, SC.3, ET.1, AP.39, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;

- GHEORGHIȚĂ MARIA, STR. BORȘA, NR.48, BL.4D, SC.4, AP.50, ET.2, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
- PREDICA VASILE, CALEA PLEVNEI NR.15, SC.A, ET.6, AP.71, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
- ILIE DAN DUMITRU, STR. DIANEI NR. 14, ET. 1, AP. 2, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- ENACHE LENUȚA, ȘOS. VERGULUI NR. 65, BL. 17, SC. H, ET. 5, AP. 301, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO

### (54) PROCEDEU DE OBȚINERE A FIBRELOR DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DIN DEȘEURI DIN ALUMINIU METAL ȘI INSTALAȚIE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu și la o instalație de obținere a unor fibre de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  din deșeuri de aluminiu metal: doze uzate, de la îmbutelierea băuturilor, tablă deșeu de aluminiu, aliaje de aluminiu-s iliciu. Procedeul conform inventiei constă în obținerea directă a unei soluții limpezi de precursori de aluminiu sau aluminiu siliciu, după care se adaugă o soluție apoasă de alcool polivinilic, amestecul este concentrat prin evaporare în peliculă în vid, din care rezultă precursorul filabil care, în continuare, este filat în filamente care sunt orientate prin electrofilare la tensiuni ridicate, și colectare prin înfășurare pe un colector, fibrele crude fiind în continuare calcinate, rezultând fibre ceramice de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Instalația conform inventiei cuprinde un reactor (1) termostatat, pentru solubilizarea deșeurilor metalice, un vas (2) amestecător pentru soluții, un concentrator (3) rotativ cu evaporator în vid, un dispozitiv pentru electrofilare, compus dintr-o sursă (4) de înaltă tensiune și un colector (5) rotativ, și un cupitor (6) de uscare și calcinare a filetelor.



Revendicări: 2

Figuri: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozitivelor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



27

ROMÂNIA DE STAT PENTRU INVENTII SI MARINI	
Cerere de brevet de inventie	
Nr.	a 2013 00 899
Data depozit	26.11.2013

## PROCEDU DE OBTINERE A FIBRELOR DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DIN DESEURI DE ALUMINIU METAL SI INSTALATIE

### DESCRIEREA INVENTIEI

Invenția se referă la un procedeu de obținere a fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pornind de la deșeuri de aluminiu metal și la o instalație de aplicare cu obținerea de fibre ceramice de aluminiu orientate înfășurate prin bobinare pe un colector special prevăzut cu spîte din otel inoxidabil, și care sunt destinate pentru fabricarea de medii filtrante ceramice, materiale compozite cu proprietăți termoizolante sau ca armături pentru compozite cu baza metale și aliaje de metale neferoase.

Fibrele anorganice artificiale cu conținut ridicat de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pe baza de silicat de aluminiu sub forma de mullit ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) sunt mai refractare decât fibrele minerale naturale, se obțin prin topirea materiei prime la temperaturi înalte urmată de tragere sau suflare ceea ce implică costuri de obținere ridicate. Fibrele oxidice refractare nu se pot obține prin această metodă datorită valorii prea scăzute a tensiunii superficiale a produsului topit. Ele se pot obține numai prin procedee complexe care sunt controlate de evaporare și condensare, cu obținere de fibre scurte.

In general procedeele de obținere a fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cuprind diferite metode de obținere a filamentelor, dintre care cele mai importante și aplicate industrial constau în filarea umedă din soluții de polimeri, și filare prin tragere în aer cald a unor amestecuri vâscoase sau gelificate. Filarea umedă din soluții de polimeri utilizează o soluție concentrată vâscoasă care este mai întâi gelificată și apoi este supusă deshidratării prin tragerea filamentelor în mediul lichid de alcool izopropilic 100% când se produce deshidratarea parțială a filamentelor crude, fibrele crude nu au rezistență mecanică și nu pot fi înfășurate pe trioul de tragere ci numai depuse pe o bandă, nu se pot obține fibre crude independente fibrele fiind lipite între ele, iar pentru formarea fibrelor se utilizează instalații prevăzute cu băi de coagulare de lungime mare de circa 1,2 m, încălzite, cu temperaturi în baia de coagulare de  $35\text{-}40^\circ\text{C}$ , iar în final se pot obține doar fibre cu diametre mari de zeci pană la o sută de microni. Filarea uscată în curent de aer cald utilizează de asemenea o soluție vâscoasă de polimeri care este trecută printr-o instalație complexă de filare cu lungimi mari ale coloanei de tragere în curent de aer cald cu viteză mare de suflare a aerului, și o construcție complexă a capului de filare echipat cu o pompă cu cel puțin trei diafragme și mai mulți cilindrii pentru un control riguros al doi factori principali care controlează filarea: controlul fin al pulsării pompei de alimentare a soluției vâscoase de polimeri, iar al doilea este eliminarea variației curentului de curgere între duzele filierei de tragere ca să existe o curgere constantă care uniformizează cădereea de presiune în spatele filierei pe parcursul procesului de filare, se obțin fibre scurte cu lungimi între 10 și sute de mm.

Aceste metode, deși au avantajul unei productivități bune, de circa 6,5 pană la 7  $\text{cm}^3/\text{minut}$  în cazul filării umede din soluții de alcool izopropilic, și, între 1-120  $\text{cm}^3/\text{oră}$  în cazul filării uscate în curent de aer cald, prezintă o serie de dezavantaje legate de metodele laborioase de obținere a soluțiilor vâscoase de precursors utilizate la filare, legate de dimensiunile constructive voluminoase și construcția complexă a instalațiilor de filare, utilizarea unor compuși volatili cu potențial cancerogenic, toxic, și al băilor de coagulare de alcool izopropilic 100%, rezistență



mecanică scăzută a filamentelor crude datorată deshidratării parțiale prin coagulare sau uscare în coloana de aer cald, astfel ca filamentele nu pot fi colectate prin bobinare.

De asemenea, mai este cunoscut din literatura de specialitate un procedeu de obținere a fibrelor oxidice pe bază de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  descris în brevet FR 2.088.130 plecând de la un gel de hidroxid de aluminiu de tip boehmit obținut ca în brevet US 2.915.475, defloculat cu acid (acetic, clorhidric sau azotic), aditivat cu polimeri organici din familia acrylamide (produs cu potențial cancerogenic, toxic și mutagenic), solubili în apă, când gelul coagulează imediat cu dispunerea paralelă a axelor fibrelor unele în raport cu altele ceea ce permite ca la diluarea unei soluții de poliacrylamida într-un gel apos de boehmit formarea unor agregate cu aspect spongios formată din fibre scurte mai mult sau mai puțin orientate cu diametre de circa 10 microni care se pot usca și prelucra sub forma de hârtie.

O alta soluție cunoscută propune o metodă de fabricație de obținere a fibrelor pe bază de aluminiu-silice cu rezistență mecanică excelentă descrisă în brevet US 2004/0234428 A1 pornind de la o soluție de filare a fibrelor prin utilizarea de săruri anorganice solubile în apă urmată de filare uscată în curent de aer cald și de tratare termică a fibrelor crude obținute într-un mediu care face dificila reacția de oxidare a componentei carbonice din fibra precursoră prin calcinare în atmosferă de azot la 1000-1300°C, cu obținerea de fibre pe bază de aluminiu-silice cu un conținut residual de carbon de circa 1% care conferă rezistență mecanică fibrelor.

În același scop, mai este cunoscut un procedeu de obținere a unor agregate de fibre de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  scurte descris în brevet US 2010/0187731 A1, agregate care sunt mărunțite într-o dispersie de fibre cu caracteristici de manipulare bune și de igienă mediului de lucru bune, adică necancerigene, cu aplicații utile în obținerea de materiale pentru convertori catalitici, cu distribuție a diametrelor fibrelor logaritmice cu un diametru de cel puțin 3 μm pentru a nu putea fi inhalate de organele de respirație ale corpului uman, și nu mai mare de 6 μm pentru a nu se deterioreze proprietăți utile industriale precum rezistență termică, pornind de la o soluție precursoră de clorură de aluminiu bazică cu o concentrație cuprinsă între 150-190 g/l și un compus de siliciu sub forma de sol de  $\text{SiO}_2$  cu un raport  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  exprimat în greutate cuprins între 65/35-99/1, aditivată cu un polimer organic solubil în apă (alcool polivinilic, polietilenglicol, sau poliacrilamidă) cu grad de polimerizare cuprins între 1000 și 3000 cu o concentrație de cel puțin 16g/l, și filare uscată în curent de aer cald cu ajutorul unei filiere cu diametrul găurii de filare între 0,1-0,5 mm descrisa în brevetul japonez nr. 2.602.460.

Problema pe care o rezolvă invenția este realizarea unui procedeu de obținere a fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pornind de la unul dintre următoarele deșeuri de aluminiu metal sau un amestec al acestora: doze uzate provenite de la îmbutelierea băuturilor răcoritoare, deșeuri de tablă din aluminiu sau aliaje de aluminiu-siliciu, șpan și pulbere de aluminiu, mărunțite în prealabil și prelucrate printr-un procedeu simplu, cu costuri reduse de energie și materii prime, fără generare de deșeuri periculoase sau fibre cu dimensiuni care să pună în pericol sănătatea prin inhalarea acestora de căile respiratorii, care constă în obținerea directă a soluțiilor limpezi de precursori cu conținut de aluminiu și care permite obținerea fibrelor crude de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  direct fără acțiunea unor agenți de coagulare sau medii de uscare suplimentare, cu depunerea fibrelor prin înfășurare pe un colector rotativ prevăzut cu spite din otel inox.

Procedeul, conform inventiei, înălătură dezavantajele de mai sus prin aceea că este alcătuit dintr-o prima etapă de obținerea directă a soluției impede de precursori de aluminiu sau aluminiu-siliciu (1) în care deșeurile de aluminiu metal mărunțite în prealabil sunt solubilizate



direct intr-o soluție de acid clorhidric cu concentrația intre 10-14% când se obține o soluție împede de precursori de aluminiu fără particule solide micronice in suspensie cu o concentrație in aluminiu cuprinsă intre 55-90 g/l, urmată de o a doua etapă de adăugare a componentelor organice sub formă de soluție apoasă de alcool polivinilic (2) cu grad de polimerizare in domeniul 1500-3000 si la un raport de substanță uscată calculat față de conținutul de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cuprins intre 12-20% de greutate, după care intr-o a treia etapă de concentrare a amestecului anorganic-organic prin evaporare în vid (3) se elimină excesul de apă cu obținerea precursorului filabil caracterizat printr-o vâscozitate dinamica măsurată cu viscozimetrul cuprinsă intre 700-100.000 cP , urmată de etapa de filare cu obținerea de filamente orientate prin electrofilare la tensiuni ridicate intre 12-18 kV și colectare a fibrelor crude orientate prin înfășurare a filamentelor pe un colector rotativ special (4) cu spîte din otel inox , urmată de o etapă finală de uscare și calcinare a fibrelor crude (5) cu regim termic controlat pană la o temperatură finală de calcinare intre 1250-1300°C când se obține produsul final, fibre ceramice independente de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  .

Prin aplicarea inventiei se obțin următoarele avantaje:

- creșterea eficienței solubilizării aluminiului in soluția de precursori cu solubilizarea simultană a magneziului existent in materialul dozelor de băuturi răcoritoare utilizat frecvent ca inhibitorilor de creștere a grăunților de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ceea ce conferă rezistență mecanică fibrelor
- elimina etapă de filtrare a soluției de precursori anorganici folosită pentru limpezirea acesteia
- înlătură utilizarea aditivilor organici cu potențial cancerinogenic, toxic
- utilizează alcoolul polivinilic folosit ca aditiv organic, polimer hidrofil, solubil in apă, cu bună stabilitate chimică și termică, nontoxic și ușor de procesat prin filare
- permite un control riguros al debitelor
- permite controlul diametrelor fibrelor obținute chiar din faza de preparare și concentrare al soluției de precursori prin măsurarea viscozității acesteia
- se pot obțin fibre continue cu diametre de la zeci de microni până in domeniul nanometric
- permite obținerea de fibre aliniate și înfășurate prin bobinare pe colectorul rotativ.

Problema tehnică, pe care o rezolva inventia, este de a realiza o instalație pentru obținerea fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pornind de la deșeuri de aluminiu metal pentru a elimina construcțiile voluminoase și complexe ale instalațiilor de filare folosite in mod curent , și pentru a diminua costurile cu energia și materiile prime, și pentru a înlătura riscul de inhalare de către căile respiratorii a fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  obținute.

Instalația, conform inventiei, înlătură dezavantajele de mai sus prin aceea că este alcătuită dintr-un reactor termostatat 1 prevăzut cu agitare și echipat cu cel puțin două compartimente cilindrice cu pereti poroși din Nylon 7 sau alt material similar cu pori de 50 microni, rezistent termic, utilizat pentru solubilizarea deșeurilor metalice în soluții acide care permite accesul nestingherită al soluției de acid clorhidric către deșeurile metalice mărunte in vederea solubilizării acestora dar împiedică trecerea in soluția de precursori a particulelor micronice de metal nedizolvat și al impurităților, un vas amestecător pentru soluții 2 utilizat pentru prepararea amestecul precursor anorganic-organic, un concentrator rotativ cu evaporare in peliculă în vid 3 folosit pentru obținerea precursorului filabil, un dispozitiv pentru electrofilare



compus dintr-o sursă de înaltă tensiune 4 și un colector rotativ prevăzut cu spite metalice din oțel inox egal distribuite față de axa de rotație a colectorului 5 utilizat pentru filarea și colectarea fibrelor crude, iar uscarea și calcinarea filamentelor se face într-un cuptor electric de uscare și calcinare 6 în regim termic controlat.

Avantajele acestei instalații sunt următoarele:

- construcție simplă a instalației, ușor de automatizat și exploataț
- diminuarea cantității de pierderi de material la obținerea soluției de precursori cu pană la 95%
- fiabilitate în funcționare datorită unui număr redus de elemente mecanice
- filarea și depunerea fibrelor este continuă și se desfășoară în siguranță, fibrele sunt ușor de manipulat
- se elimină riscul aspirării fibrelor de către căile respiratorii.

Se dau în continuare, exemple de realizare a inventiei în legătură și cu figura 1 care reprezintă o vedere de ansamblu a instalației pentru obținerea fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  din deșeuri de aluminiu metal sau amestec al acestora sub formă de doze uzate provenite de la îmbutelierea băuturilor răcoritoare, deșeuri de tablă din aluminiu sau aliaje de aluminiu-siliciu, șpan și pulbere de aluminiu, mărunțite în prealabil.

Procedeu de obținere a fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pornind de la deșeuri de aluminiu metal sau amestecuri dintre acestea, conform inventiei, este alcătuit dintr-o prima fază de obținere directă a soluției lămpede de precursori de aluminiu sau aluminiu-siliciu (1) în care deșeurile de aluminiu metal mărunțite în prealabil sunt solubilizate într-o soluție de acid clorhidric cu concentrația între 10-14% prin alimentare continuă în porții egale de circa 12,5 g aluminiu metal /litru de acid pe oră până la atingerea unei valori a pH-ului soluției de precursori anorganici de 2,5 u.pH., după care dozarea de metal se diminuează până la 0,2-0,75 g/litră de acid și oră astfel încât să nu se depășească un pH egal cu 3 u.pH deoarece poate apărea riscul gelării soluției, densitatea soluției de precursori crește de la 1,29 la 1,37 g/cm<sup>3</sup>, iar viscozitatea măsurată cu viscozimetru crește de la 2cP la 16cP când se obține o soluție lămpede de precursori de aluminiu fără particule solide micronice în suspensie cu o concentrație în aluminiu cuprinsă între 55-90 g/l, urmată de o a doua fază în care se adaugă în soluția de precursori anorganici componenta organică sub formă de soluție apoasă de alcool polivinilic (2) cu grad de polimerizare în domeniul 1500-3000 și la un raport de substanță uscată calculat fată de conținutul de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cuprins între 12-20% de greutate, după care într-o a treia fază amestecul de precursor anorganic-organic se supune unei operații de concentrare prin evaporare în peliculă în vid (3) când se elimină excesul de apă și se obține un precursor filabil caracterizat printr-o viscozitate dinamică măsurată cu viscozimetru cuprinsă între 700-100.000 cP, urmată de o a patra fază de filare cu obținerea de filamente orientate prin electrofilare la tensiuni ridicate între 12-18 kV și colectare a fibrelor crude obținute prin înfășurare a filamentelor pe un colector rotativ special (4) cu spite din oțel inox, urmată de o etapă finală de uscare la 100...110°C în aer și calcinare a fibrelor crude (5) în aer și regim termic controlat până la o temperatură finală de calcinare între 1250-1300°C cu menținere pe palier 2h când se obține produsul final, fibrele ceramice independente de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Componentele instalației pentru obținerea fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pornind de la deșeuri de aluminiu metal sau amestecuri ale acestora, conform inventiei, cuprind un reactor termostatat 1 prevăzut cu agitare și echipat cu cel puțin două compartimente cilindrice cu pereti porosi din



Nylon 7 sau alt material similar cu pori de 50 microni, rezistent termic, un vas amestecător pentru soluții 2 utilizat pentru prepararea amestecul precursor anorganic-organic, un concentrator rotativ cu evaporare în peliculă în vid 3, un dispozitiv pentru electrofilare compus dintr-o sursă de înaltă tensiune 4 conectat la o duză de filare cu diametru între 0,8-1,2 mm și un colector rotativ prevăzut cu spite metalice din oțel inox egal distribuite față de axa de rotație a colectorului 5 la un unghi de 24° prin rotirea căruia se face colectarea fibrelor crude, și un cuptor electric de uscare și calcinare 6 în care se face uscarea și calcinarea fibrelor crude în regim termic controlat.

In primul reactor, deșeurile de aluminiu metal mărunțite în prealabil sunt alimentate continuu în cei doi cilindri cu pereți poroși din Nylon 7 cu pori de 50 microni, aceștia permit accesul nestingherit al soluției de acid către materialul metalic și trecerea soluției cu conținut de aluminiu în reactor. Acum soluția de precursori anorganici este amestecată într-un vas amestecător 2 cu soluția de polimer organic, după care amestecul rezultat este concentrat până se atinge viscozitatea dorită într-un concentrator rotativ cu evaporare în peliculă în vid 3. Soluția vâscoasă de precursori anorganici-organic este supusă apoi filării prin electrofilare într-un dispozitiv pentru electrofilare compus dintr-o sursă de înaltă tensiune 4 de 30 kV conectată la o duză de filare cu diametru între 0,8-1,2 mm și un colector rotativ prevăzut cu spite metalice din oțel inox 5 când se obțin fibre crude orientate înfășurate prin bobinare.

Uscarea și calcinarea fibrelor reținute pe colectorul rotativ 5 se face cu ajutorul unui cuptor electric de uscare și calcinare 6 în aer în regim termic controlat.

**Exemplul 1.** O cantitate de 90 g de șpan de aluminiu este alimentată continuu într-un litru de acid clorhidric de concentrație 14%, în porții egale de 12,5 g pe oră în reactorul de solubilizare, până când pH-ul în soluția de precursor anorganic atinge valoarea de 2,5 u.pH, după care cantitatea de șpan alimentat la solubilizare într-o oră scade la 0,75 g până la 0,2 g când pH-ul soluției creste la 3,0 u.pH, iar densitatea soluției este 1,36 g/cm<sup>3</sup>, având un conținut de 98,5 g/l Al, 200,3 g/l Cl, 0,025 g/l Mg, 0,042 g/l Si, 0,11 g/l Fe, 0,001 g/l Cr, 0,016 g/l Zn, 0,006 g/l Ti. Peste soluția de precursor anorganic preparată se adaugă prin amestecare continuă o soluție de alcool polivinilic în concentrație de 20% de greutate calculată ca substanță solidă raportată la cantitatea de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> din soluția de precursori până la omogenizare completă. Amestecul de precursori astfel obținut este în continuare supus unei operații de concentrare în peliculă în vid la într-un evaporator cu baie de apă, la temperatură de 55...60°C pentru eliminarea excesului de apă din amestec, când se obține o soluție de precursori filabilă cu viscozitate dinamică crescută măsurată cu viscozimetru într-un domeniu cuprins între 700...22.000 cP. Pentru obținerea fibrelor crude soluția vâscoasă de amestecuri polimerice astfel obținută este filată prin electrofilare la o tensiune de 14 kV prin trecerea printr-o duză cu diametrul de 0,8 mm poziționată la o distanță măsurată față de colectorul rotativ cu spite egală cu 5 cm sub un unghi de 45° raportat la axul dispozitivului colector. Pe colectorul rotativ se depun fibre orientate, paralele, cu un debit de 1,5 ml/oră. Fibrele crude obținute au rezistență mecanică bună, și sunt ușor de manipulat. Pentru obținerea produsului final fibre de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, fibrele crude sunt uscate timp de 2 h la 100...110 °C, și apoi calcinate în cuptor electric în aer la 1250...1300 °C în regim termic controlat, cu menținere pe palier timp de 2 h.

**Exemplul 2.** O cantitate de 90 g de amestec de deșeu de aluminiu metal alcătuit din doze de băuturi răcoritoare tocate în prealabil și șpan de aluminiu este alimentată continuu sub agitare într-un litru de acid clorhidric de concentrație 14%, în porții egale de 12,5 g pe oră în



N

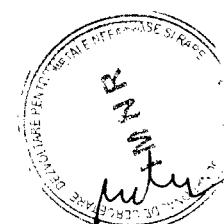
reactorul de solubilizare, până când pH-ul în soluția de precursor anorganic atinge valoarea de 2,5 u.pH, după care cantitatea de deșeu metalic alimentat la solubilizare intr-o oră scade la 0,75 g până la 0,2 g când pH-ul soluției creste la 3,0 u.pH, iar densitatea soluției este  $1,37 \text{ g/cm}^3$ , la care se adaugă o cantitate prestabilită de silice sub forma de pulbere coloidală, soluția având o concentrație finală de 99,0 g/l Al, 236,4 g/l Cl, 1,25 g/l Mg, 1,9 g/l Si, 0,11 g/l Fe, 0,003 g/l Cr, 0,012 g/l Zn, 0,002 g/l Ti. Peste soluția de precursor anorganic preparată se adaugă prin amestecare continuă o soluție de alcool polivinilic în concentrație de 12% de greutate calculată ca substanță solidă raportată la cantitatea de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  din soluția de precursori până la omogenizare completă. Amestecul de precursori astfel obținut este în continuare supus unei operații de concentrare în peliculă în vid la intr-un evaporator cu baie de apă, la temperatură de 55...60°C pentru eliminarea excesului de apă din amestec, când se obține o soluție de precursori filabilă cu viscozitate dinamică crescută măsurată cu viscozimetrul intr-un domeniu cuprins între 20.000...140.000 cP. Pentru obținerea fibrelor crude soluția vâscoasă de amestecuri polimerice astfel obținută este filată prin electrofilare la o tensiune de 18 kV prin trecerea printr-o duză cu diametrul de 1,0 mm poziționată la o distanță măsurată față de colectorul rotativ cu spîte egală cu 11 cm sub un unghi de 45° raportat la axul dispozitivului colector. Pe colectorul rotativ se depun fibre orientate, paralele, cu un debit de 1,8 ml/oră. Fibrele crude obținute au rezistență mecanică bună, și sunt ușor de manipulat. Pentru obținerea produsului final fibre de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ , fibrele crude sunt uscate timp de 2h la 100...110°C, și apoi calcinate în cuptor electric în aer la 1050...1150°C în regim termic controlat, cu menținere pe palier timp de 2h.



REVENDICARI

Procedeu de obținere a fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pornind de la unul dintre următoarele deșeuri de aluminiu metal sau amestecuri ale acestora: doze uzate provenite de la îmbutelierea băuturilor răcoritoare, deșeuri de tablă din aluminiu sau aliaje de aluminiu-siliciu, span și pulbere de aluminiu, **caracterizat prin aceea că**, se tratează deșeurile de aluminiu metal cu o soluție de acid clorhidric într-o primă fază de solubilizare când se obține direct o soluție împede de precursori de aluminiu sau aluminiu-siliciu (1) într-un reactor prevăzut cu cel puțin două compartimente cu pereti poroși cu pori de 50 microni, urmată de o a doua etapă de adăugare a componentei organice sub formă de soluție apoasă de alcool polivinilic (2), o a treia etapă de concentrare a amestecului anorganic-organic prin evaporare în peliculă în vid (3) cu obținerea precursorului filabil, urmată de etapă de filare cu obținerea de filamente orientate prin electrofilare la tensiuni ridicate și colectare prin înfășurare a filamentelor pe un colector special (4), și de uscare și calcinare a fibrelor crude (5) când se obține produsul final, fibre ceramice de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Instalație utilizată pentru proceful definit în revendicarea 1, prezentată ca în figura 1, pentru obținerea fibrelor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pornind de la unul dintre următoarele deșeuri de aluminiu metal sau amestecuri ale acestora: doze uzate provenite de la îmbutelierea băuturilor răcoritoare, deșeuri de tablă din aluminiu sau aliaje de aluminiu-siliciu, șpan și pulbere de aluminiu, caracterizat prin aceea că, este alcătuită dintr-un reactor termostatat 1 prevăzut cu agitare și echipat cu cel puțin două compartimente cilindrice cu pereti poroși din Nylon 7 sau alt material similar cu pori de 50 microni, rezistent termic, utilizat pentru solubilizarea deșeurilor metalice în soluții acide, vas amestecător pentru soluții 2 pentru prepararea amestecului precursor anorganic-organic, concentrator rotativ cu evaporare în vid 3 folosit pentru obținerea precursorului filabil, dispozitiv pentru electrofilare compus dintr-o sursă de înaltă tensiune 4 și un colector rotativ prevăzut cu spite metalice din oțel inox egal distribuite față de axa de rotație a colectorului 5 utilizat pentru filarea și colectarea fibrelor crude, iar uscarea și calcinarea filamentelor se face într-un cuptor de uscare și calcinare 6 în regim termic controlat.



0-2013 00899--  
26-11-2013

10

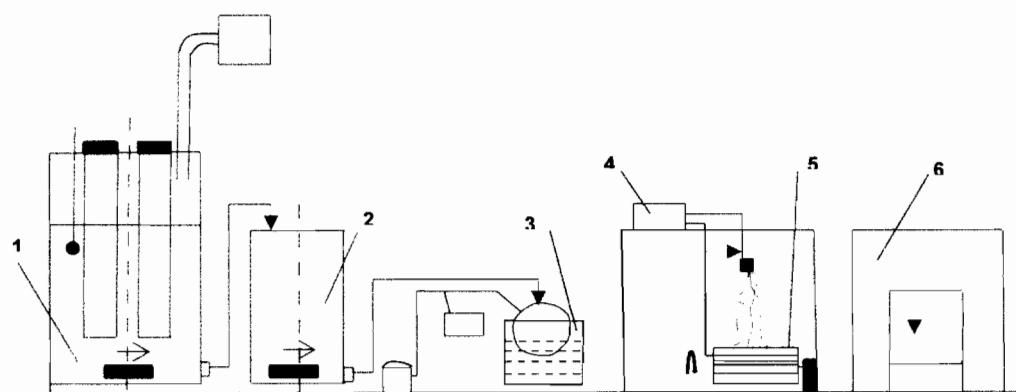


Fig. 1

