



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00137**

(22) Data de depozit: **25/02/2015**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/04/2019** BOPI nr. **4/2019**

(41) Data publicării cererii:
30/08/2016 BOPI nr. **8/2016**

(73) Titular:

- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE -DEZVOLTARE PENTRU CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM, SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202, SECTORUL 6, BUCUREȘTI, RO;**
- **UNIVERSITATEA DIN BUCUREȘTI, BD.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.36-46, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR, BD.BIRUIȚEI NR.102, PANTELIMON, IF, RO;**
- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE ȘI DEZVOLTARE PENTRU FIZICA LASERILOR, PLASMEI ȘI RADIAȚIEI (INFLPR), STR. ATOMIȘTILOR NR. 409, MĂGURELE, IF, RO;**
- **EDAS EXIM S.R.L., STR. BANAT NR. 23, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:

- **SÂRBU ANDREI, STR. VALEA OLTULUI NR. 16, BL. A28, SC. C, ET. 2, AP. 37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **SANDU TEODOR, STR. PARÂNGULUI NR. 43A, ET. 1, AP. 4, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **ZAHARIA ANAMARIA, BD. ALEXANDRU OBREGIA NR. 20 BIS, BL. 20 BIS, SC. A, ET. 3, AP. 14, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **APOSTOL STELUȚA, STR.NOVACI NR.10, BL.P 60, SC.4, AP.92, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **ZAVOIANU RODICA, BD. BUCUREȘTI NOI NR.93-97, BL. B3, SC. B, ET. 2, AP. 54, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **MARA ELEONORA LUMINIȚA, STR.HUȘI NR.4, BL. B35, SC.3, ET.1, AP.39, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **SÂRBU LILIANA, STR. VALEA OLTULUI NR. 16, BL. A28, SC. C, ET. 2, AP. 37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**

- **BACALUM FANICA, STR.SERGEANT SCARLAT NR.2, BL.12, AP.35, SC.2, ET.4,SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **BÎRJEGA RUXANDRA, STR. COMANDOR A POPOVICI 6A SC. A, BL. 6, AP. 14, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **VIZIREANU SORIN, STR. VEDEA NR.6, BL.86AB, SC.1, AP.8, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **OLARU ANDREEA GABRIELA, INTRAREA PATINOARULUI NR. 23, BL. PM55, SC. B, AP. 57, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **COSAȘU DAN, STR. FELICIA RACOVIȚĂ NR. 2-4, ET. 3, AP. 5, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **VELEA TEODOR, STR.ZAMBILELOR NR.6, BL.60, SC.1, ET.2, AP.5, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **GRĂDINARU IOANA ANDREEA, STR. CRIȘULUI NR. 30, BÂICOI, PH, RO;**
- **RADU ANIȚA LAURA, INTRAREA CUCURUZULUI NR. 20, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **FLOREA MIHAELA, CALEA 13 SEPTEMBRIE NR. 226, BL. V54, SC. 1, ET. 2, AP. 2, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **COJOCARU BOGDAN-EUGEN, STR. TEIUL DOAMNEI NR. 16, BL. 2, SC. 2, ET. 4, AP. 53, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **DRĂGUȚ VALENTIN, STR. MIHAI BRAVU NR. 120, BL. D28, SC. A, ET. 7, AP. 21, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **IORDACHE TANȚA-VERONA, ALEEA DOLINA NR. 6, BL. 70, SC. 1, AP. 4, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **FLOREA ANA-MIHAELA, STR. GRIVIȚEI NR. 4, BL. 2, AP. 1, SC. A, PARTER, BĂILE GOVORA, VL, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 128205 B1; CN 102690100 (A)

(54) **PROCEDEU DE PREPARARE A SPUMELOR CERAMICE PE BAZĂ DE NOROI ROȘU**

Examinator: ing. MODREANU LUIZA



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

RO 131328 B1

RO 131328 B1

1 Prezenta invenție se referă la un procedeu de preparare a spumelor ceramice pe
bază de noroi roșu, cu utilizări în procese catalitice, în reținerea suspensiilor solide din gaze
3 și în procese de epurare a apelor.

Noroiul roșu este un deșeu de fabricație rezultat din procedeu Bayer de producere
5 a aluminei și care conține în principal oxizi de fier și de aluminiu. Este un deșeu periculos,
din cauza alcalinității foarte ridicate. El se depozitează în halde speciale, care scot din circuit
7 suprafețe importante de teren, infestând în același timp solul și apele freatică. Datorită
pericolelor, aceste halde necesită întreținere și pază permanentă. De aceea, folosirea
9 acestui deșeu pentru obținerea de produse utile este o preocupare importantă a
cercetătorilor din domeniu. Una din posibilitățile de reciclare a noroiului roșu o reprezintă
11 prepararea spumelor ceramice.

Se cunosc mai multe metode de obținere a spumelor ceramice din noroi roșu.

13 Într-o primă metodă, praful de noroi roșu se amestecă în stare uscată cu cenușa de
termocentrală (fly ash) și carbonat de calciu (ca agent de formare a spumei), se presează
15 într-o formă la 20 MPa și apoi piesele se supun unui tratament termic în aer, prin încălzire
cu o viteză de 15°C/min, până la temperatura de 760...840°C, unde se mențin 5...30 min și
17 apoi sunt lăsate să se răcească în aer [Yuxi Guo, Yihe Zhang, Hongwei Huang, Ke Meng,
Kunran Hu, Pan Hu, Xinke Wang, Zhilei Zhang, Xianghai Meng, "**Novel glass ceramic
19 foams materials based on red mud**", *Ceramics International* 40 (2014) 6677-6683].
Metoda are dezavantajul că necesită o presă, iar temperatura de tratare de peste 750°C
21 necesită un cuptor de temperatură ridicată și cu un mare consum de energie.

Într-o altă metodă, spumele ceramice se obțin prin amestecarea a 40...50% noroi
23 roșu cu 26...40% cenușă de termocentrală (fly ash), 15...20% borat de sodiu și 5% silicat de
sodiu (agent de formare a spumei). Amestecul este presat în formă la 10 MPa și tratat termic
25 în 2 etape: 1 h la 400°C și 2 h la 800...1100°C. De la temperatura camerei până la 400°C și
de la 400°C până la 800...1100°C, încălzirea se realizează cu 3°C/min [Xingjun Chen,
27 Anxian Lu, Gao Qu, "**Preparation and characterization of foam ceramics from red mud
and fly ash using sodium silicate as foaming agent**", *Ceramics International* 39 (2013)
29 1923-1929]. Metoda are dezavantajul că necesită o presă, iar cele 2 etape de tratament
termic, una la temperatură moderată (400°C) și cealaltă la temperatură înaltă (800...1100°C),
31 necesită un cuptor de temperatură ridicată și cu un mare consum de energie.

Într-o a treia metodă, noroiul roșu este amestecat cu un ulei, de tipul ulei de furnal
33 sau ulei autouzat, care are rolul de agent de reducere, dar și de spumare, iar amestecul
omogen al acestora se introduce într-un creuzet din grafit și se încălzește la 1000...1300°C,
35 unde se menține 1...2 h. Metoda nu conduce la spume ceramice pure, ci la amestec de
spume ceramice și metal, deoarece, concomitent cu spumarea produsă de formarea CO₂,
37 are loc și reducerea oxidului de fier și a altor oxizi din noroiul roșu la metale. Metoda
utilizează creuzete scumpe și se lucrează la temperaturi peste 1000°C, ceea ce necesită un
39 cuptor cu temperatură ridicată și un mare consum energetic.

O a patra metodă care se poate aplica și în cazul noroiului roșu este tehnica replicării,
41 folosită și în cazul altor spume ceramice, care constă în îmbibarea suspensiei apoase
conținând materialul ceramic într-un burete poliuretanic. După aceea, buretele îmbibat este
43 mai întâi uscat la circa 100°C și apoi ars la circa 500°C, rezultând un material care este, de
regulă, apoi sinterizat la temperatură înaltă [US 3090094; Nils Claussen, Suxing Wu,
45 Dietmar Holz "**Reaction bonding of aluminum oxide (RBAO) composites: Processing,
reaction mechanisms and properties**" *Journal of the European Ceramic Society*
47 14(1994) 97-109; E. Sousa; C. B. Silveira; T. Fey; P. Greil; D. Hotza; A.P. Novaes de

RO 131328 B1

Oliveira “LZSA glass ceramic foams prepared by replication process”, 104, (2005), 22-29, Guocheng Lu, Limei Wu, Libing Liao, Yihe Zhang, Zhaohui Li, “Preparation and characterization of red mud sintered porous materials for water defluoridation”, Applied Clay Science 74 (2013) 95-101].	1
Principalul dezavantaj al acestei metode constă în aceea că spuma ceramică are o rezistență mecanică mică. Porozitatea este foarte neuniformă. De asemenea, în cursul arderii poliuretanilor se elimină gaze foarte toxice. Metoda necesită un cuptor de temperatură ridicată și implică un mare consum energetic.	3 5 7
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor spume ceramice care permit dirijarea porozității și a proprietăților fizico-mecanice, prin alegerea concentrației de noroi roșu, a caolinei și/sau a silicatului de sodiu.	9
Procedeele conform invenției înlătură dezavantajele procedeelelor menționate anterior prin aceea că noroiul roșu (praf sau suspensie apoasă) ca atare, sau în amestec cu praf de caolină sau soluție apoasă 50% de silicat de sodiu, sau cu amestecuri ale acestora în diferite proporții, se dispersează timp de 0,5...1,0 h în apă distilată, în prezența de soluție apoasă 20% de poli-acrilat de amoniu, adăugată în raport masic de 1...3:1 față de compușii anorganici (calculați ca substanțe uscate), pentru a se forma o suspensie apoasă, în care se adaugă acid acrilic (concentrația AA fiind de 5...20% față de suspensia finală), o soluție apoasă 1...2% de N, N' metilen bis acrilamidă (2...3% MBA față de acidul acrilic), o soluție apoasă 1,0...3,0% de metasulfat de sodiu (concentrația de metabisulfat de sodiu în suspensie fiind de 0,8...3,0% față de acidul acrilic), iar într-o altă variantă se mai adaugă o soluție apoasă 2,0...4,0% de sulfat feros (concentrația de sulfat feros în suspensie fiind de 0,2...0,8% față de AA), se amestecă totul timp de 2...5 min, după care se adaugă o soluție apoasă 1,0...3,0% de persulfat de potasiu (concentrația de persulfat de potasiu în suspensie fiind de 1,0...4,0% față de acidul acrilic), se mai agită energic timp de 1...2 min, iar suspensia finală, având concentrația totală (însumată) de noroi roșu, caolină și silicat de sodiu de 10...40% (din care minimum jumătate este noroi roșu, exprimat ca substanță uscată), se toarnă imediat în formă și se lasă să gelifice timp de 10...20 min, la temperatura de 20...50°C, se mai lasă la temperatura camerei (20...25°C) încă 90...120 min, pentru definitivarea reacției, după care piesa precursoră, formată prin gel-casting, se scoate din formă, se lasă să se preusuce în aer, la temperatura camerei (20...25°C), timp de 20...24 h, și se pune într-o etuvă, la temperatura de 105...110°C, unde se menține timp de 2...4 h, apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor de tratament termic, aflat la temperatura de 25...30°C, și se ridică temperatura cuptorului până la o valoare de 250...350°C, temperatura menținându-se la acea valoare timp de 2...3 h, pentru a se produce spumarea de către agentul de spumare (hidrogelul poli-acrilic), după care se oprește încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală.	11 13 15 17 19 21 23 25 27 29 31 33 35
Invenția prezintă următoarele avantaje:	37
- permite reducerea cantității de deșeuri periculoase și reintroducerea în circuitul economic a unui deșeu care are puține utilizări comerciale;	39
- nu necesită aparatură complicată (presă, creuzete speciale și cuptor de temperatură ridicată), deoarece formarea corpurilor ceramice precursoră se realizează prin gel-casting, iar formarea spumei se realizează la temperaturi moderate;	41
- utilizează materii prime ieftine, dintre care noroiul roșu este un deșeu;	43
- se obține o spumă ceramică fără amestec cu metale;	45
- permite dirijarea porozității și a proprietăților fizico-mecanice, prin alegerea corespunzătoare a concentrației de monomeri și a celei de noroi roșu, precum și prin adaosul de caolină și/sau silicat de sodiu;	47

RO 131328 B1

1 - are un consum energetic redus, atât prin faptul că polimerizarea reticulantă se face
la temperatura camerei, cât și prin aceea că temperatura maximă de tratament termic este
3 de 350°C;

5 - prezintă un pericol redus asupra sănătății salariaților și asupra mediului înconjurător,
deoarece nu se folosesc monomeri cancerigeni sau neurotoxici și nu se degajă compuși
toxici în timpul tratamentului termic.

7 Se prezintă, în continuare, 9 exemple de realizare a invenției:

Exemplul 1

9 Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 10 g praf de noroi roșu,
31 ml apă distilată și 30 ml soluție apoasă 20% de poli-acrilat de amoniu (raport 3:1 față de
11 praful anorganic). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare
energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 0,5 h. Apoi se oprește agitare
13 energetică și, sub o agitare lentă, se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 15 ml soluție apoasă 1% de
MBA (3% MBA față de AA) și 4 ml soluție apoasă 1% de MS (0,8% MS față de AA). Se
15 repornește agitare energetică timp de 2 min. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 1% de PK
(1% PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 1 min. Se oprește agitare
17 și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 min la
temperatura de 20°C, pentru gelificare. Apoi se mai lasă timp de 120 min, la temperatura
19 camerei (20...25°C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la
preuscat în aerul încojurător, la temperatura camerei (20...25°C), timp de 20 h. După
21 preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 105°C, unde se lasă timp de
4 h. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din
23 momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 250°C, se menține piesa la această
temperatură timp de 4 h, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se
25 lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de
71% și cu un diametru mediu al porilor de 0,8 mm.

Exemplul 2

27 Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 16 g praf de noroi roșu,
29 7 ml apă distilată și 16 ml soluție apoasă 20% de poli-acrilat de amoniu (raport 1:1 față de
praful anorganic). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare
31 energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 h. Apoi se oprește agitare
energetică și, sub o agitare lentă, se adaugă 20 g (19 ml) AA, 20 ml soluție apoasă 2% de
33 MBA (2% MBA față de AA), 10 ml soluție apoasă 3% de MS (3% MS față de AA) și 1 ml
soluție apoasă 2% de sulfat feros (0,2% sulfat feros față de AA). Se repornește agitare
35 energetică timp de 5 min. Apoi se adaugă 10 ml soluție apoasă 3% de PK (3% PK față de AA)
și se repornește agitare energetică timp de 1 min. Se oprește agitare și suspensia se toarnă
37 imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 10 min la temperatura de 25°C, pentru
gelificare. Apoi se mai lasă timp de 90 min, la temperatura camerei (20...25°C), pentru
39 definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul încojurător,
la temperatura camerei (20...25°C), timp de 24 h. După preuscarea, piesa se introduce într-o
41 etuvă la temperatura de 110°C, unde se lasă timp de 2 h. Apoi piesa uscată este introdusă
într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în
43 cuptor ajunge la 350°C, se menține piesa la această temperatură timp de 2 h, după care se
întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție
45 naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 83% și cu un diametru mediu al
porilor de 0,74 mm.

RO 131328 B1

Exemplul 3

Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 20 g noroi roșu (suspensie cu concentrația de apă 50%), 32,5 ml apă distilată și 20 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 2:1 față de substanța uscată din noroiul roșu). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 45 min. Apoi se oprește agitare energetică și, sub o agitare lentă, se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 7,5 ml soluție apoasă 2% de MBA (3% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 3% de MS (3,0% MS față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 2 min. Apoi se adaugă 10 ml soluție apoasă 2% de PK (4% PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 2 min. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 15 min la temperatura de 25°C pentru gelificare. Apoi se mai lasă timp de 100 min, la temperatura camerei (20...25°C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul încojurător, la temperatura camerei (20...25°C), timp de 22 h. După preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110°C, unde se lasă timp de 4 h. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300°C, se menține piesa la această temperatură timp de 4 h, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 72% și cu un diametru mediu al porilor de 0,85 mm.

Exemplul 4

Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 40 g praf de noroi roșu și 40 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1:1 față de praful de noroi roșu). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 h. Apoi se oprește agitare energetică și, sub o agitare lentă, se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2% de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2% de MS (2,0% MS față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 2 min. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2% de PK (2% PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 2 min. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 min la temperatura de 50°C, pentru gelificare. Apoi se mai lasă timp de 120 min, la temperatura camerei (20...25°C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20...25°C), timp de 24 h. După preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110°C, unde se lasă timp de 3 h. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300°C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 h, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 70%, și cu un diametru mediu al porilor de 0,62 mm.

Exemplul 5

Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 20 g praf de noroi roșu, 20 g praf de caolină și 40 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1:1 față de praful de noroi roșu + caolină). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu și caolinei, timp de 1 h. Apoi se oprește agitare energetică și, sub o agitare lentă, se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2% de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2% de MS (2,0% MS față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 5 min. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2% de PK (2% PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 2 min. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 min la

RO 131328 B1

1 temperatura de 45°C, pentru gelificare. Apoi se mai lasă timp de 120 min, la temperatura
camerei (20...25°C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la
3 preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20...25°C), timp de 22 h. După
preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 105°C, unde se lasă timp de
5 3 h. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din
momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 350°C, se menține piesa la această
7 temperatură timp de 2 h, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se
lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de
9 72% și cu un diametru mediu al porilor de 0,65 mm.

Exemplul 6

11 Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 20 g praf de noroi roșu,
20 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu și 40 ml soluție apoasă 20% de poli-acrilat de
13 amoniu (raport 1,33:1 față de noroiul roșu + silicatul de sodiu, exprimate ca substanțe
uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energică. Se
15 efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 h. Apoi se oprește agitare energică și, sub
o agitare lentă, se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2% de MBA (2% MBA față
17 de AA) și 5 ml soluție apoasă 2% de MS (2,0% MS față de AA). Se repornește agitare
energică timp de 3 min. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2% de PK (2% PK față de AA)
19 și se repornește agitare energică timp de 2 min. Se oprește agitare și suspensia se toarnă
imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 min la temperatura de 45°C, pentru
21 gelificare. Apoi se mai lasă timp de 120 min, la temperatura camerei (20...25°C), pentru
definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător,
23 la temperatura camerei (20...25°C), timp de 24 h. După preuscarea, piesa se introduce într-o
etuvă la temperatura de 110°C, unde se lasă timp de 4 h. Apoi piesa uscată este introdusă
25 într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în
cuptor ajunge la 300°C, se menține piesa la această temperatură timp de 2 h, după care se
27 întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție
naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 85% și cu un diametru mediu al
29 porilor de 0,83 mm.

Exemplul 7

31 Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 10 g praf de noroi roșu,
20 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu, 8 ml apă distilată și 30 ml soluție apoasă 20%
33 de poli-acrilat de amoniu (raport 1,5:1 față de noroiul roșu + silicatul de sodiu, exprimate ca
substanțe uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare
35 energică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 h. Apoi se oprește agitare
energică și, sub o agitare lentă, se adaugă 10 g (9,5 ml) AA, 10 ml soluție apoasă 2% de
37 MBA (2% MBA față de AA), 5 ml soluție apoasă 2% de MS (1% MS față de AA) și 2 ml
soluție apoasă 4% de sulfat feros (0,8% față de AA). Se repornește agitare energică timp
39 de 2 min. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2% de PK (1% PK față de AA) și se repor-
nește agitare energică timp de 1 min. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat
41 în forma pregătită, în care se lasă timp de 15 min la temperatura de 40°C, pentru gelificare.
Apoi se mai lasă timp de 110 min, la temperatura camerei (20...25°C), pentru definitivarea
43 reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura
camerei (20...25°C) timp de 24 h. După preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la tempe-
45 ratura de 110°C, unde se lasă timp de 4 h. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor
și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la
47 300°C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 h, după care se întrerupe încăl-
zirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține
49 o spumă ceramică cu o porozitate de 79% și cu un diametru mediu al porilor de 0,88 mm.

RO 131328 B1

Exemplul 8

Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 10 g praf de noroi roșu, 10 g praf de caolină, 20 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu și 30 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1:1 față de noroiul roșu + caolina + silicatul de sodiu, exprimate ca substanțe uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 h. Apoi se oprește agitarea energetică și, sub o agitare lentă, se adaugă 10 g (9,5 ml) AA, 10 ml soluție apoasă 2% de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2% de MS (1,0% MS față de AA). Se repornește agitarea energetică timp de 2 min. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2% de PK (1% PK față de AA) și se repornește agitarea energetică timp de 1 min. Se oprește agitarea și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 15 min la temperatura de 25°C, pentru gelificare. Apoi se mai lasă timp de 110 min, la temperatura camerei (20...25°C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20...25°C) timp de 24 h. După preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110°C, unde se lasă timp de 4 h. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300°C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 h, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 81% și cu un diametru mediu al porilor de 0,78 mm.

Exemplul 9

Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 30 g suspensie de noroi roșu (concentrația de apă 70%), 5 g praf de caolină, 10 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu și 35 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1,17:1 față de noroiul roșu + caolina + silicatul de sodiu, exprimate ca substanțe uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 h. Apoi se oprește agitarea energetică și, sub o agitare lentă, se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2% de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2% de MS (2,0% MS față de AA). Se repornește agitarea energetică timp de 2 min. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2% de PK (2% PK față de AA) și se repornește agitarea energetică timp de 2 min. Se oprește agitarea și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 min la temperatura de 35°C, pentru gelificare. Apoi se mai lasă timp de 120 min, la temperatura camerei (20...25°C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20...25°C) timp de 22 h. După preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110°C, unde se lasă timp de 4 h. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 320°C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 h, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 74% și cu un diametru mediu al porilor de 0,75 mm.

Revendicări

1

3 1. Procedeu de preparare a spumelor ceramice pe bază de noroi roșu, praf sau
5 suspensie apoasă, sau în amestec cu praf de caolin sau soluție apoasă 50% silicat de sodiu,
7 sau cu amestecuri ale acestora, la care se adaugă acid acrilic de concentrație 5...20% față
9 de suspensia finală, o soluție apoasă 1...2% de N, N' metilen bis acrilamidă de concentrație
11 2...3% față de acidul acrilic, o soluție apoasă 1,0...3,0% de metabisulfid de sodiu de
13 concentrație 0,8...3,0% față de acidul acrilic, se amestecă totul timp de 2...5 min, după care
15 se adaugă o soluție apoasă 1,0...3,0% de persulfat de potasiu de concentrație 1,0...4,0%
17 față de acidul acrilic, se mai agită energic timp de 1...2 min, iar suspensia finală, având
19 concentrația totală de noroi roșu, caolină și silicat de sodiu de 10...40%, din care minimum
21 jumătate este noroi roșu, exprimat ca substanță uscată, se toarnă imediat în formă și se lasă
23 să gelifice timp de 10...20 min, la temperatura de 20...50°C, se mai lasă la temperatura
25 camerei 20...25°C încă 90...120 min, pentru definitivarea reacției, după care piesa
27 precursoră se scoate din formă, se lasă să se preusuce în aer la temperatura camerei timp
de 20...24 h, și se pune în etuvă la temperatura de 105...110°C, unde se menține timp de
2...4 h pentru uscare, **caracterizat prin aceea că** suspensia apoasă anorganică de bază se
dispersează timp de 0,5...1 h, în apă distilată, în prezența de soluție apoasă 20% de
poliacrilat de amoniu, adăugată în raport masic de 1...3:1 față de compușii anorganici,
calculați ca substanțe uscate, suspensia anorganică finală, care are concentrația totală de
norii roșu, caolină și silicat de sodiu de 10...40%, din care minimum jumătate este noroi
roșu, exprimat ca substanță uscată, iar piesa rezultată după uscarea în etuvă este introdusă
într-un cuptor de tratament termic, aflat la temperatura de 25...30°C, și se ridică apoi
temperatura cuptorului până la o valoare de 250...350°C, temperatura menținându-se la acea
valoare timp de 2...3 h, pentru a se produce spumarea de către agentul de spumare
hidrogelul poli-acrilic, după care se oprește încălzirea cuptorului, se scoate piesa din cuptor
și se lasă să se răcească în convecție naturală, când se scot din cuptor spumele ceramice
obținute.

29 2. Procedeu de preparare a spumelor ceramice, conform cu revendicarea 1,
31 **caracterizat prin aceea că**, după adăugarea soluției apoase de metabisulfid de sodiu, în
suspensie se mai adaugă o soluție apoasă 2,0...4,0% de sulfat feros, concentrația de sulfat
feros în suspensie fiind de 0,2...0,8% față de acidul acrilic.

