



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2016 00627

(22) Data de depozit: 12/09/2016

(41) Data publicării cererii:  
28/12/2018 BOPI nr. 12/2018

(71) Solicitant:  
• BICA IOAN, STR. ARMONIEI NR. 23,  
BL. T3, SC. 3, ET. 2, AP. 11, TIMIȘOARA,  
TM, RO;  
• SEGNEANU ADINA-ELENA,  
STR. NATURII NR. 8, AP. 12, TIMIȘOARA,  
TM, RO;  
• BOBICA ADRIAN, STR. ADI ENTRE  
NR. 12, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;  
• VATZULIK BORIS, STR. PANDURILOR  
NR. 50, REȘIȚA, CS, RO;  
• CHIRIGIU LARISA MARINA ELISABETH,  
STR. LT. TUDOR MIERTOIU NR. 40,  
CÂRCEA, DJ, RO;  
• GROZESCU IOAN, STR. DUNĂREA  
NR. 160, GHIRODA, TM, RO

(72) Inventatori:  
• BICA IOAN, STR. ARMONIEI NR. 23,  
BL. T3, SC. 3, ET. 2, AP. 11, TIMIȘOARA,  
TM, RO;  
• SEGNEANU ADINA-ELENA,  
STR. NATURII NR. 8, AP. 12, TIMIȘOARA,  
TM, RO;  
• BOBICA ADRIAN, STR. ADY ENDRE  
NR. 12, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;  
• VATZULIK BORIS, STR. PANDURILOR  
NR. 50, REȘIȚA, CS, RO;  
• CHIRIGIU LARISA MARINA ELISABETH,  
STR. LT. TUDOR MIERTOIU NR. 40,  
CÂRCEA, DJ, RO;  
• GROZESCU IOAN, STR. DUNĂREA  
NR. 160, GHIRODA, TM, RO

## (54) ECHIPAMENT ȘI PROCEDEU PENTRU PRODUCEREA DE NANO-MICROPARTICULE MAGNETIZABILE SFERICE DIN ZGURĂ METALURGICĂ

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un echipament și un procedeu de obținere a nano-microparticulelor magnetizabile sub formă de sfere din crustă metalurgică în jet de plasmă. Echipamentul, conform invenției, cuprinde un generator de plasmă (A), o incintă (B) care creează condițiile termodinamice și reacțiile plasmă-chimice de formare a nano-microparticulelor, un filtru umed (C) pentru colectarea nano-microparticulelor, un schimbător de căldură apă-gaz (D) cu rolul de a aduce temperatura gazului la valori inferioare celor care ar afecta o pompă mecanică de vid (E), cu ajutorul căreia se creează în incintă (B) presiuni prestabilite, necesare pentru formarea nano-microparticulelor pe clase de dimensiuni prestabilite, o sursă de curent (F) care alimentează generatorul de plasmă (A), o magazie de gaz plasmogen (G), un dozator de pulberi (H) conectat la un subsansamblu (I) format dintr-o moară cu valțuri și site, precum și un pupitru de comandă și un soft care comandă procesul tehnologic (Pc).

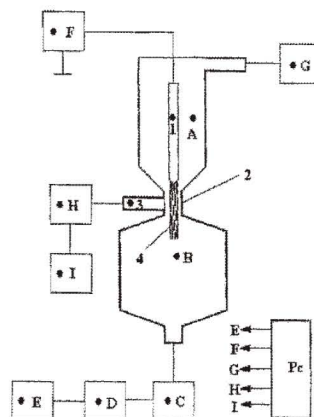
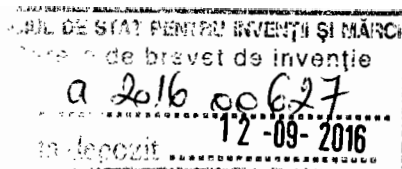


Fig. 1

Revendicări: 3  
Figuri: 7

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).





## **ECHIPAMENT SI PROCEDEU PENTRU PRODUCEREA DE NANO – MICROPARTICULE MAGNETIZABILE SFERICE DIN ZGURĂ METALURGICĂ**

Invenția se referă la un echipament specializat și un procedeu pentru producerea de nano-microparticule magnetizabile sub formă de sfere, prin procesarea în jet de plasmă a zgurei metalurgice, în vederea obținerii de materiale inteligente și, simultan, protecția mediului înconjurător.

În actuala era a tehnologiilor de varf în IT, energetică, sănătate, protecția și conservarea mediului ambiental, aeronautică, inginerie, senzorială, etc., materialele avansate au un rol determinant, deoarece fără ele realizarea acestor tehnologii nu ar fi posibilă. [1]

Se cunosc echipamente de producere a nano-microparticulelor, în general și, în special a celor magnetizabile, prin măcinare în moara cu bile [8] și respectiv prin metoda condensării [9, 10] care au dezavantajul că au productivitate redusă, costuri tehnologice mari și se obțin particule cu dispersie dimensională mare și forme neregulate.

Scopul invenției este de a realiza un echipament performant, cu productivitate ridicată care să permită producerea de nano-microparticule magnetizabile sub formă de sfere, prin procesarea în jet de plasmă a zgurei metalurgice.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în utilizarea jetului de plasmă ca mediu de sinteză în care au loc reacții chimice și mecanisme fizice [11-14] care conduc în prima fază la descompunerea termică a zgurei metalurgice și formarea, în cea de a doua fază, de nano-microparticule sferice, magnetizabile, de dimensiuni prestabilite și cu dispersie dimensională mică și valorificarea zgurei metalurgice, un potențial poluator de mediu.

Echipamentul conform invenției înlătură dezavantajele menționate prin aceea că, în jetul unui generator de plasmă au loc procese chimice și mecanisme fizice de formare a nano-microparticulelor magnetizabile sub formă de sfere cu dispersie dimensională mică și în clase dimensionale prestabilite. În plus, echipamentul prezintă următoarele avantaje:

- permite reglarea continuă și independentă a parametrilor tehnologici necesari generării de nano-microparticule magnetizabile sub formă de sfere din zgură metalurgică, în game dimensionale prestabilite și cu dispersie dimensională mică;
- permite conducerea automată a procesului tehnologic pentru producerea de nano-microparticule magnetizabile sub formă de sfere din zgură metalurgică și stocarea într-o bibliotecă de date a parametrilor tehnologici;
- permite colectarea continuă și dispersarea nano-microparticulelor în diferite matrici pentru realizarea de materiale avansate;

– prezintă posibilitatea producerii de nano-microparticule sub forma unor compuși chimici cu coeficienți stoichiometrici prestabiliti;

– utilizează deșeurile de zgură metalurgică pentru a le transforma, cu productivitate ridicată, în nano-microsfere magnetizabile care este materie primă pentru realizarea de materiale avansate (nano-microfluide, elastomeri magnetizabili etc).

Se dă, în continuare un exemplu de realizare a invenției, respectiv instalație și procedeu de producere de nano-microparticule magnetizabile din zgura desprinsă de pe suprafața semifabricatelor din oțel turnate în cochilii. Echipamentul pentru producerea de nano-microparticule magnetizabile sub formă de sfere din zgură metalurgică prin metoda jetului de plasmă, are în componență, conform Fig. 1a, generatorul de plasmă A, care are rolul de a converti energia electrică în cea termică a plasmei, incinta B care are rolul de a crea condițiile termodinamice și a reacțiilor plasmă-chimice de formare a nano-microparticulelor cu puritate chimică ridicată, filtrul umed, C, pentru colectarea nano-microparticulelor, schimbătorul de căldură apă-gaz, D cu rolul de a aduce temperatura gazului la valori inferioare celor de la care ar afecta pompa mecanică de vid E cu ajutorul căreia se creează presiuni prestabilite în incinta B necesare pentru formarea nano-microparticulelor pe clase de dimensiuni prestabilite, sursa de curent F care alimentează cu energie electrică generatorul de plasmă A, magazia cu gaz plasmagen G, dozatorul de pulberi H, în tandem cu subsansamblul I, format dintr-o moară cu valțuri și site pulberi zgură, la care se adaugă pupitrul de comandă și softul pentru comanda procesului tehnologic Pc.

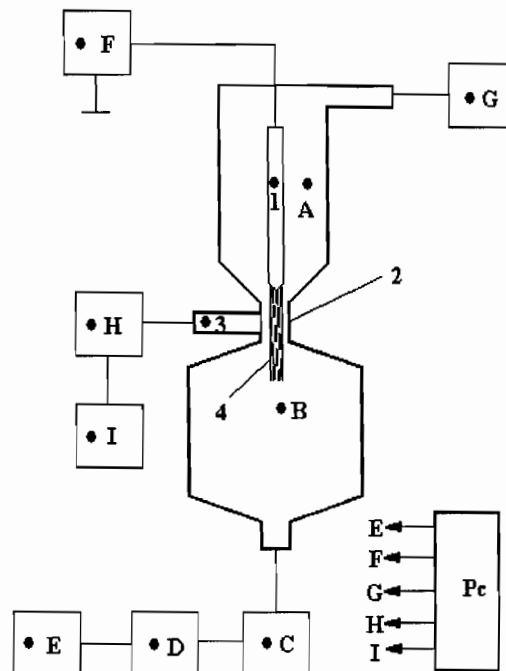


Fig1a - Echipament, configurația de ansamblu.

Generatorul este alimentat cu energie electrică de la o sursă de curent constant, iar cu gaz plasmogen de la o magazie cu gaz comprimat și cu zgură metalurgică de la un dozator de pulberi aflat în tandem cu o moară de măcinat cu valțuri și site. Echipamentul are atatsata o incintă de colectare a nano-microparticulelor care, la rândul ei, este conectată prin tubulatură la un filtru înseriat cu un schimbător de căldură gaz-gaz și o pompă de vid pentru realizarea unei depresii in incinta de pana la – 259 mPa.

Pupitrul de comandă a procesului tehnologic, Pc, are în componență blocuri de comandă pornire-oprire manuală și automată, blocuri de interconexiuni și interblocaje cu: sursa de curent F, dozatorul de pulberi H cu moara cu valțuri și site I, pompa de vid E, butoane comandă și reglare manuală parametri proces tehnologic, bloc memorie parametri tehnologici și conducere automată proces tehnologic și asigură funcționarea echipamentului conform cu ciclograma din Fig.1b.

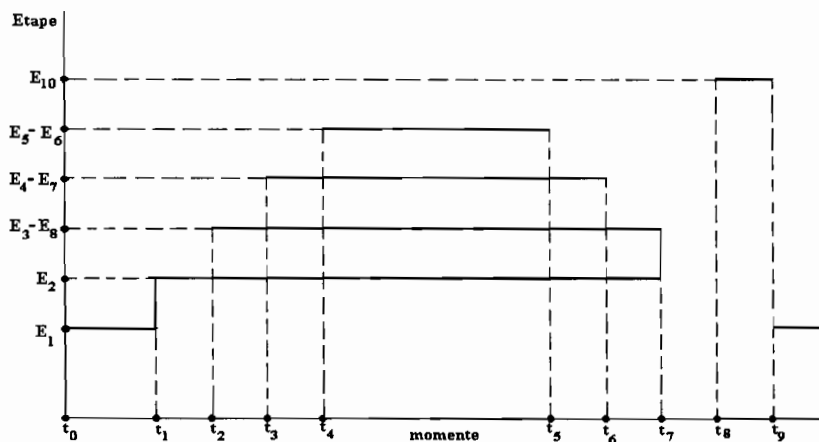


Fig.1b - ciclograma de funcționare a echipamentului conform etapelor procesului tehnologic E1 – E10

#### Etapele procesului tehnologic E1 – E10:

Etapa E<sub>1</sub>: pregătire echipament (conectarea subansamblelor din Fig.1a la sursa de energie electrică, apa-canal și alimentare cu zgură metalurgică a morii cu valturi) - momentul t<sub>0</sub>;

Etapa E<sub>2</sub>: cuplare pompă vid - momentul t<sub>1</sub>;

Etapa E<sub>3</sub>: alimentarea generatorului de plasmă cu gaz plasmagen, la debit prestabilit - momentul t<sub>2</sub>;

Etapa E<sub>4</sub>: amorsare jet de plasmă la valori prestabilite a intensității curentului electric de descărcare - moment t<sub>3</sub>;

Etapa E<sub>5</sub>: alimentare cu pulbere de zgură metalurgică a generatorului de plasmă - moment t<sub>4</sub>;

Etapa E<sub>6</sub>: oprire pulbere - momentul t<sub>5</sub>;

Etapa E<sub>7</sub>: întrerupere jet de plasmă - momentul t<sub>6</sub>;

Etapa E<sub>8</sub>: oprire gaz plasmagen - momentul t<sub>7</sub>;

Etapa E<sub>9</sub>: oprire funcționare echipament și prelucrare pulberi - momentul t<sub>8</sub>;

Etapa E<sub>10</sub>: pregătire echipament pentru reluare ciclu de producere nano-microparticule magnetizabile din zgură metalurgică - momentul t<sub>9</sub> = t<sub>0</sub>.

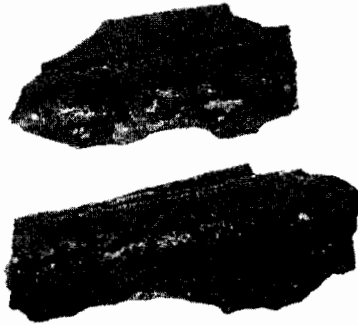
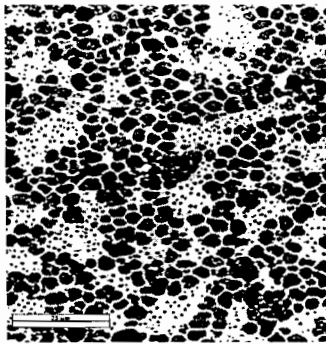
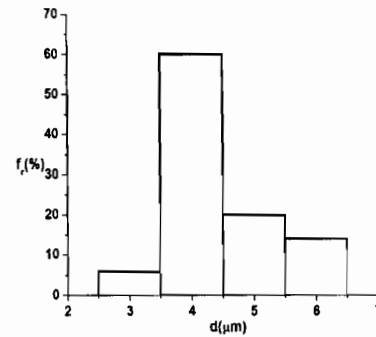


Fig.2 - Forme ale crustei metalurgice



a)



b)

Fig. 3 – Precursor zgura metalurgica:

a) particule de zgură metalurgică de diferite forme și dimensiuni; b) histograma particulelor, unde: f<sub>r</sub>-frecvența relativă, d-diametru particule.

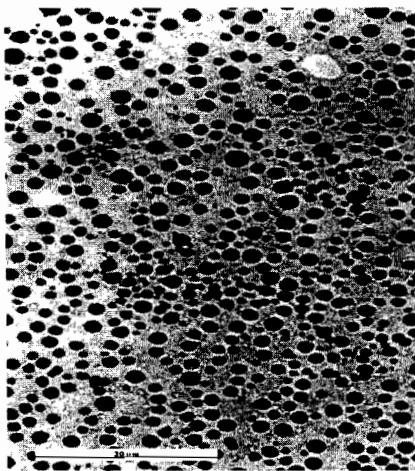


Fig. 4 - Nano-microparticule sferice

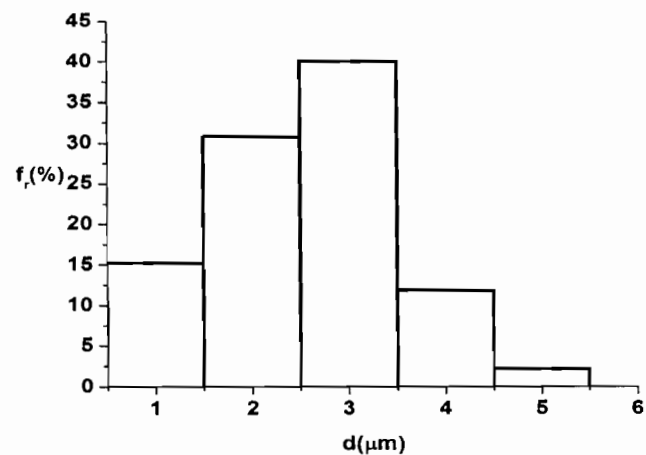


Fig.5.Histograma:f<sub>r</sub>-frecvența relativă, d-diametru particule.

Conform invenției, precursorul, zgura metalurgică (Fig.2), este adusă sub formă de pulberi cu dimensiuni prestabilite (Fig.3) de subansamblul I, iar prin dozatorul de pulberi H și tubul 3 este introdusă, cu debit constant, în jetul de plasmă 4 din Fig.1, unde sunt prestabiliti parametri fizici și chimici necesari mecanismelor de formare a nano-microparticulelor sub formă de sfere cu dispersie dimensională mică, în clase dimensionale prestabilite (Fig.4 și 5). Formarea particulelor sferice are loc în amestecul argonului cu aerul din încălta. Pe suprafața particulelor se formează oxizi de fier (Fig.6). Microparticulele obținute au proprietăți magnetice bune (Fig.7a) și nu prezintă histerezis (Fig.7b), ceea ce le conferă utilizări în prepararea de materiale magnetizabile (ferite, suspensii și elastomeri magnetoreologici cunoscute sub denumirea de materiale magnetice active).

#### Referințe bibliografice:

- [1]. M. I. Boulos, P. Fanchais, E. Pfender, *Thermal Plasmas: Fundamental and Applications*, Plasma Press, New -York (1994);
- [2]. I Bica, Nanoparticle production by plasma, *Materials Science and Engineering: B* 68 (1999), 5-9;
- [3]. I Bica, Obtaining of micro-spheres in plasma: theoretical model, *Materials Science and Engineering: B* 77 (2000), 293-296;
- [4]. I Bica, Iron micro-spheres generation in argon plasma jet, *Materials Science and Engineering: B* 8 (2002), 107-109;
- [5]. I Bica, Formation of iron micro-tubes in plasma, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 270 (2004), 7-14;
- [6]. I Bica, Pore formation in iron micro-spheres by plasma procedure, *Materials Science and Engineering: A* 393 (2005), 191-195;
- [7]. I Bica, Cavitation micro-particles: plasma formation mechanisms, *Romanian Reports in Physics* 57 (2005), 79
- [8] I. Mihalca, M. Morariu, M Liță, I. Bibicu, A. Ercuța. D. Luca, Structural characterization of FeCrP-type mesoscopic system, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 201, (1999) 53-57
- [9] a) I. Bica, E.M. Anitas, M. Bunoiu, B. Vatzulik, I. Juganaru, Hybrid magnetorheological elastomer: influence of magnetic field and compression pressure on its electrical conductivity, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20 (2014), 3994-3999;

b). I. Bica, E.M. Anitas, L.M.E. Averis, M. Bunoiu, Magnetodielectric effects in composite materials based on paraffin, carbonyl iron and graphene, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 21, (2015) 1323-1327;

[10] a). Vijay K. Varadan, Linfeng Chen, Jining Xie, *Nanomedicine: Design and Applications of Magnetic Nanomaterials, Nanosensors and Nanosystems*, 2008 John Wiley & Sons, Ltd.;

b).I. Bica, *Fluide Inteligente (nanofluidice magnetizabile si suspensii magnetoreologice)*, Editura "Mirton" Timisoara-2007;

[11]. I Bica, Formation of Iron Microparticles in the Argon Plasma Jet, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 13 (2007), 693-711;

[12]. I Bica, Production of iron nanotubes in plasma, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 14 (2008), 230-235;

[13]. I Bica, Steady current plasma macro-nanotechnologies, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 15 (2009), 304-315;

[14]. B Vatzulik, I Bica, Production of magnetizable microparticles from metallurgic slag in argon plasma jet, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 15 (2009), 423-429

## Revendicari

Echipament si procedeu pentru producere si nano-microparticule magnetizabile sub formă de sfere din crustă metalurgică in jet de plasmă **caracterizate prin aceea ca:**

**R.1** Echipamentul de producere a nano-microparticulelor sferice din zgura metalurgica conform figurii 1, este format din generatorul de plasmă A care are rolul de a converti energia electrica in cea termica a plasmei, incinta B care are rolul de a crea conditiile termodinamice si a reactiilor plasmă-chimice de formare a nano-microparticulelor cu puritate chimica ridicata, filtrul umed C pentru colectarea nano-microparticulelor, schimbătorul de căldură apa-gaz D cu rolul de a aduce temperatura gazului la valori inferioare celor de la care ar afecta pompa mecanica de vid E cu ajutorul careia se creeaza presiuni prestabilite in incinta B necesare pentru formarea nano-microparticulelor pe clase de dimensiuni prestabilite, sursa de curent F care alimenteaza cu energie electrica generatorul de plasma A, magazia cu gaz plasmagen G, dozatorul de pulberi H în tandem cu subansamblul I format dintr-o moară cu valțuri și site pentru pulberi de zgură, la care se adaugă pupitrul de comandă și soft proces tehnologic Pc, in baza caruia se obtin nano-microparticule sferice din zgura metalurgica intr-o incintă de colectare conectată prin tubulatură la un filtru înseriat cu un schimbător de căldură gaz-gaz și o pompă de vid pentru realizarea unei depresiuni in incinta de pana la - 250 mPa.

**R.2** Procedeu de obtinere a nano-microparticule sub formă de sfere cu dispersie dimensionala mica in clase dimensionale prestabilite obtinute din zgura metalurgică adusă sub formă de pulberi cu dimensiuni prestabilite de subansamblul I si care este introdusă cu debit constant prin dozatorul de pulberi H și tubul 3 în jetul de plasmă 4 din Fig.1 unde sunt prestabiliti deja parametri fizici si chimici necesari mecanismelor de formare a particulelor sferice in atmosfera formata din amestecul argonului cu aerul din incinta;

**R.3** Nano-microparticule magnetizabile sub formă de sfere cu dispersie dimensionala mica, cu proprietati fizice si dimensiuni prestabilite, avand suprafata cu / sau fara defecte structurale de impuritate, conform cu domeniile de aplicatie ale acestora.



