



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2016 00627**

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

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/03/2022** BOPI nr. **3/2022**

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

(73) Titular:

- **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, TMIȘOARA, 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

(72) Inventatori:

- **BICA IOAN**, STR. ARMONIEI NR. 23 A, BL. T3, SC. 3, ET. 2, AP. 11, TIMIȘOARA, TM, RO;

- **SEGNEANU ADINA-ELENA**, STR. NATURII NR. 8, AP. 12, TMIȘOARA, 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

(56) Documente din stadiul tehnicii:

- MX 2011013658 (A); US 2010144562 A1; US 2013276582 A1; I. BICA, M. BUNOIU, ET.AL., "CAVITATIONAL IRON MICROPARTICLES GENERATION BY PLASMA PROCEDURES FOR MEDICAL APPLICATIONS", VOL.LVI, SERIA FIZICĂ, PP.9-14, ANALELE UNIV. DE VEST, 2012**

(54) **PROCEDEU PENTRU PRODUCEREA DE NANO-MICROPARTICULE MAGNETIZABILE SFERICE DIN ZGURĂ METALICĂ**



RO 132974 B1

1 Invenția se referă la un procedeu pentru producerea de nano-microparticule magneti-
zabile sub formă de sfere, prin procesarea în jet de plasmă a zgurei metalurgice, în vederea
3 obținerii de materiale inteligente în condiții de protecție a mediului înconjurător.

5 În actuala eră a tehnologiilor de vârf în IT, energetică, sănătate, protecția și conser-
varea mediului ambiental, aeronautică, inginerie, senzorică, etc., materialele avansate au
un rol determinant, deoarece fără ele realizarea acestor tehnologii nu ar fi posibilă.

7 Se cunosc echipamente de producere a nano-microparticulelor, în general și, în
special a celor magnetizabile, prin măcinare în moară cu bile (I. Mihalca, M. Morariu, M.
9 Liță, I. Bibicu, A. Ercuța. D. Luca, **Structural characterization of FeCrP-type
mesoscopic system, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 201, (1999) 53-57**)
11 și respectiv prin metoda condensării (I. Bica, E.M. Anitas, M. Bunoiu, B. Vatzulik, I.
13 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**), care au dezavantajul că au productivitate
15 redusă, costuri tehnologice mari și produc particule cu dispersie dimensională mare și forme
neregulate.

17 Documentul **MX 2011013658 (A)**, prezintă un procedeu și o instalație de producere
a unui material nou bazat pe particule sferice, cu proprietăți magnetice și de cimentare, din
19 materie primă cu compoziție chimică bogată în oxizi ai elementelor Ca-Fe-Si-Mg, în special
zgură de fier și oțel produsă în cuptorul convertizor, material care este transformat în
21 particule de formă sferică cu combinație de faze cristaline, magnetice și cimentante, cu aju-
torul unei instalații de măcinare și sortare a pulberii obținute, procesul de sferoidizare
23 bazându-se pe proiecția materialului precursor în pulbere cu o dimensiune controlată a parti-
culelor în plasma unei torțe de plasmă în arc electric, generată de o instalație tip
25 Plasmadyne, de 1000 A, care folosește argonul și heliul ca gaze ionizante, particulele rezul-
tate fiind consolidate și cu proprietățile mecanice ale oricărui sistem de cimentare Portland,
27 materialul întărit și consolidat prezentând proprietatea de a fi atras de magneti, deoarece o
parte a structurii cristaline a acestuia este formată din magnetit cu proprietăți feromagnetice.

29 Un alt document **US 2010144562 A1**, prezintă o metodă și un aparat pentru
fabricarea unor microsferă ceramice din zgură industrială, cu o dimensiune a particulelor de
31 aproximativ 38 microni până la aproximativ 150 microni, utilizate pentru a crea o suspensie
de ciment care poate fi apoi utilizată pentru tratarea puțurilor subterane, aparatul pentru
33 fabricarea microsferelor ceramice din zgură industrială cuprinzând un generator de vibrații,
un arzător ce produce o flacără de amestec gaz/oxigen la aproximativ 1200°C+ 2500°C și
35 două camere de colectare, prima cameră de colectare având o primă deschidere pentru a
permite intrarea de zgură industrială propulsată pe arzător și o a doua deschidere care
37 permite ieșirea zgurei industriale propulsate din prima cameră de colectare și trecerea ei în
a doua cameră de colectare care are și un orificiu de evacuare.

39 De asemenea, documentul **US 2013276582 A1** prezintă un procedeu fizic pentru
recuperarea fierului din particule sferice magnetice cimentate generate de subproduse
41 metalurgice cum ar fi zgura dintr-un convertor de oxigen, prin aplicarea unui proces termic
asistat de plasmă Ar-He, care permite transformarea microstructurală și morfologică a
43 acestor compuși pe bază de fier, rezultând printre altele generarea de faze magnetice, iar
documentul: I. Bica, M. Bunoiu et al., **“Cavitational Iron Microparticles Generation by
45 Plasma Procedures for Medical Applications”**, **Analele Univ. de Vest din Timișoara,
Vol. LVI, 2012, Seria Fizică, pag. 9-14**, prezintă un procedeu și o instalație de producere
47 a unor microparticule sferice fero-carbonice, instalația având un generator de plasmă, o
sursă de curent, un rezervor de gaz plasmagen și un sistem de avans al materialului.

RO 132974 B1

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.	1
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 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, care este un potențial poluator de mediu.	3
Procedeele conform invenției rezolvă această problemă tehnică prin aceea că, pentru producerea de nano-microparticule magnetizabile sferice din zgură metalică, după transformare a zgurei metalurgice în pulbere, cu o instalație mecanică adecvată, realizează aducția dozată a pulberii de zgură, cu debit constant, într-un jet de plasmă de descărcare electrică în gaz, produs într-o incintă de reacție, jet obținut printr-un amestec gazos pe bază de argon, cu reglarea parametrilor electrici și termo-chimici și colectarea nano-microparticulelor sferice obținute, amestecul gazos de producere a plasmei și de reactare a zgurei fiind format din argon și aer iar valoarea presiunii obținută printr-o pompă de vid conectată la incinta de reacție fiind de până la -259 mPa. Nano-microparticulele sferice obținute, colectate pe un filtru umed, au dispersie dimensională mică, bune proprietăți magnetice și suprafața acoperită de un strat subțire de oxizi de fier.	5
În plus, procedeul conform invenției, aplicat cu o instalație de producere a plasmei adecvată, prezintă următoarele avantaje:	7
- 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;	9
- 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;	11
- permite colectarea continuă și dispersarea nano-microparticulelor în diferite matrici pentru realizarea de materiale avansate;	13
- prezintă posibilitatea producerii de nano-microparticule sub forma unor compuși chimici cu coeficienți stoichiometrici prestabiliți;	15
- 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.).	17
Invenția este prezentată pe larg în continuare printr-un exemplu de realizare a procedeei conform invenției, precum și a instalației de aplicare a procedeei de producere de nano-microparticule magnetizabile din zgura desprinsă de pe suprafața semifabricatelor din oțel turnate în cochilii, în legătură și cu fig. 1...7, care reprezintă:	19
- fig. 1a, prezentare schematică a echipamentului de aplicare a procedeei revendicat;	21
- fig. 1b, ciclograma de funcționare a instalației conform etapelor E1-E10 ale procedeei;	23
- fig. 2, forme ale crustei metalurgice;	25
- fig. 3, precursor tip zgură metalurgică, (a)-particule de zgură; b)-histograma particulelor, în care f_r -frecvența relativă, d-diametrul particulelor);	27
- fig. 4, nanoparticule sferice;	29
- fig. 5, histograma, (f_r -frecvența relativă, d-diametrul particulelor);	31
- fig. 6, roentgenogramă;	33
- fig. 7, curba de magnetizare, (M-magnetizația; H-intensitatea câmpului magnetic).	35

RO 132974 B1

1 Conform procedurii conform invenției, după transformare a zgurei metalurgice în
2 pulbere, cu o instalație mecanică adecvată, realizează aducția dozată a pulberii de zgură,
3 cu debit constant, într-un jet de plasmă de descărcare electrică în gaz, produs într-o incintă
4 de reacție, jet obținut printr-un amestec gazos pe bază de argon, cu reglarea parametrilor
5 electrici și termo-chimici și colectarea nano-microparticulelor sferice obținute, amestecul
6 gazos de producere a plamei și de reactare a zgurei fiind format din argon și aer iar
7 valoarea presiunii obținută printr-o pompă de vid conectată la incinta de reacție fiind de
8 până la -259 mPa.

9 Echipamentul pentru producerea de nano-microparticule magnetizabile sub formă de
10 sfere din zgură metalurgică prin metoda jetului de plasmă, are în componență, conform figurii
11 1a, un generator de plasmă **A**, care are rolul de a converti energia electrică în cea termică
12 a plamei, o incintă **B** care are rolul de a crea condițiile termodinamice și a reacțiilor
13 plasmă-chimice de formare a nano-microparticulelor cu puritate chimică ridicată, un filtru
14 umed, **C**, pentru colectarea nano-microparticulelor, un schimbător de căldură apă-gaz, **D** cu
15 rolul de a aduce temperatura gazului la valori inferioare celor de la care ar afecta pompa
16 mecanică de vid **E** cu ajutorul căreia se creează presiuni prestabilite în incinta **B**, necesare
17 pentru formarea nano- microparticulelor pe clase de dimensiuni prestabilite, o sursă de
18 curent **F** care alimentează cu energie electrică generatorul de plasma **A**, o magazie cu gaz
19 plasmagen **G**, un dozator de pulberi **H**, în tandem cu un subsansamblu **I**, format dintr-o moară
20 cu valțuri și site pentru pulberi de zgură, la care se adaugă un pupitru de comandă și softul
21 pentru comanda procesului tehnologic, **Pc**.

22 Generatorul este alimentat cu energie electrică de la o sursă de curent constant iar
23 camera de reacție- cu gaz plasmogen de la o magazie cu gaz comprimat și cu zgură
24 metalurgică de la un dozator de pulberi aflat în tandem cu o moară de măcinat cu valțuri și
25 site. Echipamentul are atașată o incintă de colectare a nano-microparticulelor care, la rândul
26 ei, este conectată prin tubulatură la un filtru înseriat cu un schimbător de căldură gaz-gaz și
27 la o pompă de vid pentru realizarea unei presiuni în incinta de până la -259 mPa.

28 Pupitrul de comandă a procesului tehnologic, **Pc**, are în componență blocuri de
29 comandă pornire-oprire manuală și automată, blocuri de interconexiuni și interblocaje cu
30 sursa de curent **F**, cu dozatorul de pulberi **H**, cu moara cu valțuri și site **I**, cu pompa de vid
31 **E**, și niște butoane comandă și reglare manuală parametri proces tehnologic, un bloc
32 memorie parametri tehnologici și conducere automată proces tehnologic și asigură funcțio-
33 narea echipamentului conform cu ciclograma din fig. 1b.

Etapele procesului tehnologic E1-E10:

34 Etapa E₁: pregătirea echipamentului (conectarea subsansamblelor din fig. 1a la sursa
35 de energie electrică, apă-canal și alimentare cu zgură metalurgică a morii cu valțuri) -
36 momentul t₀;

Etapa E₂: cuplarea pompei de vid - momentul t₁;

37 Etapa E₃: alimentarea generatorului de plasmă cu gaz plasmagen, la debit prestabilit
38 - momentul t₂;

39 Etapa E₄: amorsarea jetului de plasmă la valori prestabilite ale intensității curentului
40 electric de descărcare - moment t₃;

41 Etapa E₅: alimentare cu pulbere de zgură metalurgică a generatorului de plasmă -
42 moment t₄;

Etapa E₆: oprirea alimentării cu pulbere - momentul t₅;

Etapa E₇: întreruperea jetului de plasmă - momentul t₆;

Etapa E₈: oprirea alimentării cu gaz plasmagen - momentul t₇;

Etapa E₉: oprirea funcționării echipamentului și a prelucrării pulberii - momentul t₈;

47 Etapa E₁₀: pregătire echipament pentru reluare ciclu de producere nano-micropar-
48 ticule magnetizabile din zgură metalurgică - momentul t₉ = t₀.

Conform invenției, precursorul, zgura metalurgică (fig. 2), este adus 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 prestabiliți parametrii 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 incintă. În acest caz, 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 magnetic 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 în plasma: theoretical model, Materials Science and Engineering: B 77 (2000), 293-296;
- [4]. I. Bica, Iron micro-spheres generation în argon plasma jet, Materials Science and Engineering: B 8 (2002), 107-109;
- [5]. I. Bica, Formation of iron micro-tubes în plasma, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 270 (2004), 7-14;
- [6]. I. Bica, Pore formation în 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 în 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 în 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 (nanofluide magnetizabile și suspensii magnetoreologice), Editura Mirton Timisoara-2007;
- [11]. I. Bica, Formation of Iron Microparticles în the Argon Plasma Jet, Journal of Industrial and Engineering Chemistry 13 (2007), 693-711;
- [12]. I. Bica, Production of iron nanotubes în 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 în argon plasma jet, Journal of Industrial and Engineering Chemistry 15 (2009), 423-429.

RO 132974 B1

Revendicare

1

3

5

7

9

11

13

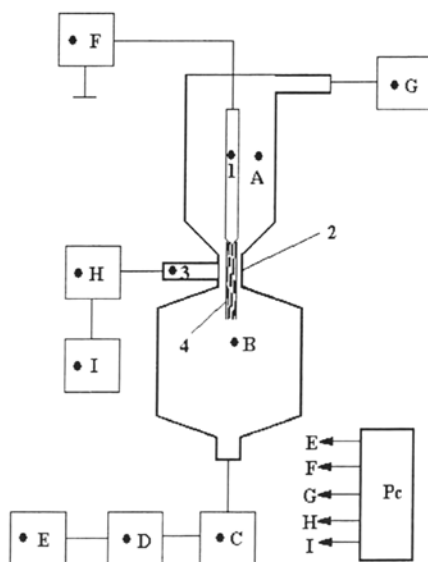
Procedeu pentru producerea de nano-microparticule magnetizabile sferice din zgură metalică, realizat prin etapele de: transformare a zgurei metalurgice în pulbere, cu o instalație mecanică adecvată, aducția dozată a pulberii de zgură, cu debit constant, într-un jet de plasmă de descărcare electrică în gaz, produs într-o incintă de reacție, obținut printr-un amestec gazos pe bază de argon, cu reglarea parametrilor electrici și termo-chimici și colectarea nano-microparticulelor sferice obținute, **caracterizat prin aceea că**, amestecul gazos de producere a plasmei și de reactare a zgurei este format din argon și aer iar valoarea presiunii obținută printr-o pompă de vid conectată la incinta de reacție este de până la -259 mPa, nano-microparticulele sferice obținute, colectate pe un filtru umed, având dispersie dimensională mică, bune proprietăți magnetice și suprafața acoperită de un strat subțire de oxizi de fier.

(51) Int.Cl.

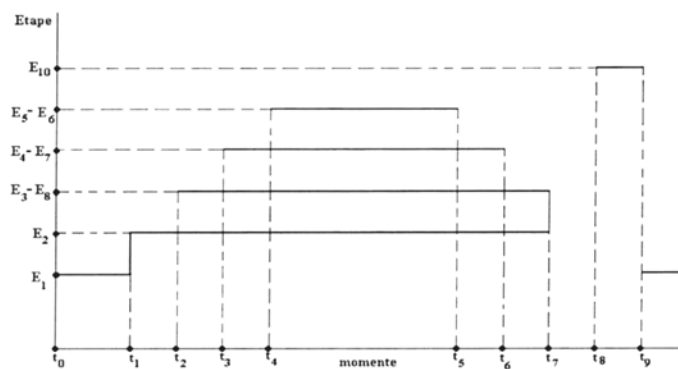
C22B 9/22 (2006.01);

C21B 3/04 (2006.01);

C22B 7/00 (2006.01)



a)



b)

Fig. 1

(51) Int.Cl.

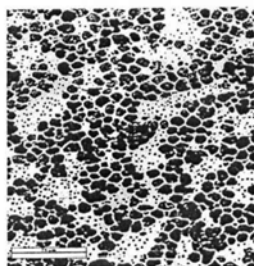
C22B 9/22 (2006.01);

C21B 3/04 (2006.01);

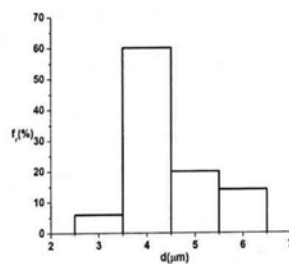
C22B 7/00 (2006.01)



Fig. 2



a)



b)

Fig. 3

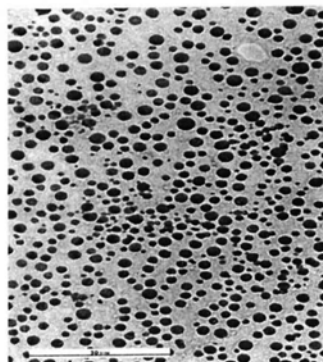


Fig. 4

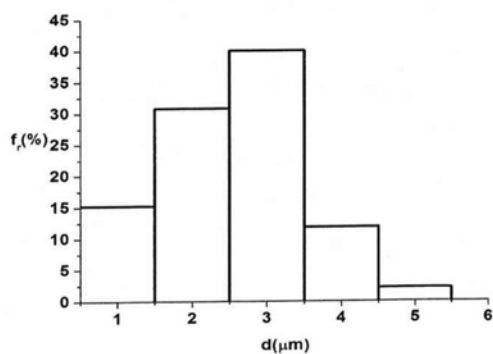


Fig. 5

(51) Int.Cl.

C22B 9/22 (2006.01);

C21B 3/04 (2006.01);

C22B 7/00 (2006.01)

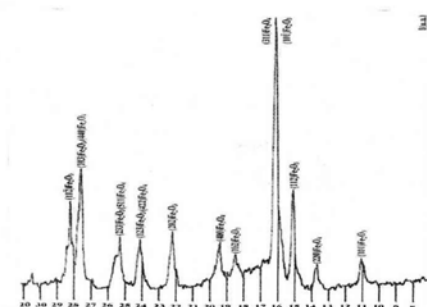
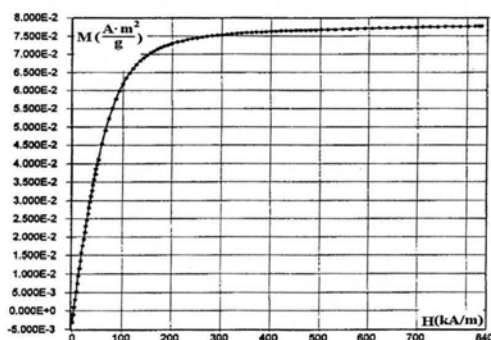
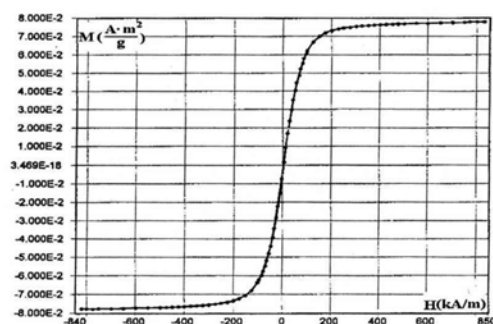


Fig. 6



a)



b)

Fig. 7



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
 Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
 sub comanda nr. 136/2022