



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2018 00883**

(22) Data de depozit: **09/11/2018**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/03/2020** BOPI nr. **3/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2019 BOPI nr. **5/2019**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU PROTECȚIA
MEDIULUI, SPLAIUL INDEPENDENȚEI
NR. 294, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **DEAK GYORGY, STR. FLORILOR, BL. 43,
SC. 2, AP. 5, BĂLAN, HR, RO;**
• **OLTEANU MARIUS VIOREL,
STR.CPT.OCTAV COCĂRĂSCU, NR.63,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **BARAITARU ANDREEA GEORGIANA,
STRADA PANDURI, NR.13, BL.G4,SC.2A,
ET.1,AP.5, CĂLĂRAȘI, CL, RO;**

• **DUMITRU FLORINA DIANA, STR.RĂCARI
NR. 20, BL.46, SC.1, ET.7, AP.33,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **MONCEA MIHAELA-ANDREEA,
STR. POIANA NR. 480, COMARNIC, PH,
RO;**
• **CORNĂȚEANU GABRIEL,
STR. DREPTĂȚII, NR.14, BL. A2, SC.2,
AP.38, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **BOBOC MĂDĂLINA GEORGIANA,
STR. MENTEI NR. 1, TULCEA, TL, RO;**
• **ZAMFIR ADRIAN ȘTEFAN,
BD.TINERETULUI NR.1, BL.A12, SC.B,
AP.23, RÂMNICU VĂLCEA, VL, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**CN 108404466; RO 114083 B;
RO 133147 A2**

(54) **FILTRE CERAMICE CU SILICE MEZOPOROASĂ
ÎNGLOBATĂ, PENTRU ÎNDEPĂRTAREA METALELOR
GRELE DIN APE**



RO 133320 B1

1 Invenția se referă la realizarea unor filtre ceramice ce înglobează, în porii acestora,
particule de silice mezoporoasă (1), având proprietatea de a reține metalele grele din apele
3 uzate. Înglobarea particulelor de silice mezoporoasă în porii filtrelor ceramice se realizează
în timpul procesului de sinteză a silicei mezoporoase, precum și după sinteza completă a
5 acesteia.

Această invenție este necesară deoarece, în vederea reducerii cantităților de poluanți
7 din apele uzate și ținând cont de faptul că, în urma industrializării continue, acestea sunt
puternic încărcate cu metale grele, iar metodele de îndepărtare nu sunt pe deplin mulțumi-
9 toare, este nevoie de noi soluții practice, eficiente și cu implicații financiare reduse pentru
remedierea poluării constante apărute. Filtrele ceramice cu silice mezoporoasă înglobată
11 contribuie la diminuarea gradului de poluare industrială și se pretează la necesitățile sociale
financiare, prețul de producție al acestora fiind amortizabil odată cu capacitatea acestora de
13 regenerare, totodată prezentând și eficiențe ridicate în procesul de îndepărtare a metalelor
grole din ape.

15 La nivel național, sunt cunoscute o serie de filtre cu aplicații în epurarea/tratarea
apelor. Brevetul nr. **00114083** se referă la un filtru de apă și la un procedeu de realizare al
17 acestuia, utilizate la filtrarea apei, în vederea îndepărtării sedimentelor, a contaminanților
biologici și chimici și a ionilor metalelor grele. Filtrul de apă, conform invenției, este prevăzut
19 cu un element de filtrare montat într-un bosaj axial al capacului, cu ajutorul unui racord filetat,
și format dintr-un corp ceramic închis cu un capac racord. În interior este poziționat un cartuș
21 în care sunt depuse un strat de rășină pentaiodată, un strat de schimbători de ioni și un strat
de cărbune activ. Un alt brevet, nr. **00116461**, cu aplicații similare, se referă la un filtru de
23 curățare a efluenților lichizi, care este folosit de exemplu, la obținerea apei potabile. Filtrul
este alcătuit dintr-un element filtrant, un capac și un corp; elementul filtrant este alcătuit dintr-
25 un cilindru exterior și un cilindru interior, fixați între ei, realizați din material plastic sau oțel
inox; cilindrii sunt prevăzuți cu niște orificii tronconice, cu vârful spre exterior; între cilindri,
27 se găsește un material filtrant, care este presat între aceștia. Un alt exemplu este brevetul
nr. **00115418**, care se referă la un filtru pentru apă și produse petroliere ușoare, destinat
29 filtrării apei în instalațiile de alimentare cu apă, de epurare a apelor uzate de produse petro-
liere, putând fi utilizat și în alte domenii în care este necesară filtrarea lichidelor și protecția
31 pompelor, în cazul în care lichidele vehiculate conțin suspensii.

La nivel internațional, o parte din filtrele identificate ca având aplicabilitate în
33 domeniul epurării apelor sunt reprezentate de brevetul **US 8968568 B2**, care se referă la un
dispozitiv de filtrare a apei sau a unei substanțe lichide, ce are proprietatea de eliminare a
35 microorganismelor și contaminanților organici, sterilizând containerele și conductele de apă.
Unitatea filtrează din punct de vedere fizic contaminanții din apă care pot fi ulterior refoșiți
37 sau distruși. De asemenea, unitatea poate fi modificată pentru a filtra o anumită dimensiune
a particulelor, făcând posibilă recuperarea anumitor substanțe. Un alt brevet realizat în
39 domeniul epurării apelor (**US 4902427 A**) se referă la un filtru pentru reducerea metalelor
grole din apă ce folosește ca agent de filtrare particule obținute din cărbunele rezultat în
41 urma incinerării oaselor de animale. La acestea se adaugă și brevetul **WO 2001002304 A1**,
care se referă la o unitate de filtrare a apei capabilă să îndepărteze metalele grele și
43 pesticidele din apa brută, precum și la procedeul prin care această filtrare are loc. Unitatea
de filtrare a apei conține un pat de nisip și o cameră de sedimentare dimensionată astfel
45 încât să poată fi plasată în interiorul recipientului pentru patul de nisip și care cuprinde o
multitudine de deschideri care trec printr-un perete lateral, astfel încât apa să poată trece prin
47 deschiderile menționate și prin patul de nisip.

RO 133320 B1

Cercetările privind această invenție au fost dezvoltate în cadrul Programului Nucleu MARES 2018.	1
În continuare, va fi prezentat un exemplu de filtru ceramic cu silice mezoporoasă înglobată pentru îndepărtarea metalelor grele din ape, conform fig. 1...5:	3
- fig. 1, model filtru ceramic cu silice mezoporoasă înglobată pentru îndepărtarea metalelor grele din ape;	5
- fig. 2, secțiune longitudinală în filtrul ceramic - porozitatea materialului ceramic;	7
- fig. 3, secțiune transversală în filtrul ceramic - porozitatea materialului ceramic;	
- fig. 4, secțiune longitudinală în filtrul ceramic cu silice mezoporoasă înglobată;	9
- fig. 5, secțiune transversală în filtrul ceramic cu silice mezoporoasă înglobată.	
Elementele caracteristice fig. 1...5 reprezintă:	11
1 - Filtru ceramic cu silice mezoporoasă înglobată;	
2 - Strat ceramic exterior cu porozitate de 0,3...0,7 μm ;	13
3 - Strat ceramic interior cu porozitate de 2...4 μm ;	
4 - Capac etanș;	15
5 - Racord alimentare apă uzată;	
6 - Strat ceramic interior cu silice mezoporoasă înglobată în pori;	17
7 - Carcasă în linie;	
8 - Racord carcasă în linie.	19
Se utilizează filtre ceramice de tip lumânare, care nu prezintă acoperiri chimice sau alte tratamente aplicate în vederea îmbunătățirii proprietăților de filtrare. Filtrele ceramice prezintă două tipuri de porozități, la interior porozitatea 3 a materialului ceramic este de 2...4 μm , iar la exterior, porozitatea 2 a materialului ceramic este de 0,3...0,7 μm . Dimensiunile filtrelor ceramice sunt variabile în lungime și diametru, în funcție de instalația în care urmează a fi implementat. Grosimea celor două straturi ale filtrului ceramic cu porozități diferite 2, 3 este de 5 mm pentru fiecare strat.	21
Filtrele ceramice sunt prevăzute cu un capac etanș 4 cu racord alimentare apă 5 (racordul are diametrul interior și exterior de dimensiuni variabile, în funcție de instalația în care urmează a fi implementată) la partea superioară, pentru asigurarea unei ermetizări totale în timpul procesului de filtrare.	27
Înglobarea particulelor de silice mezoporoasă în porii filtrelor ceramice în timpul procesului de sinteză a acestora se realizează înaintea etapei de aplicare a tratamentului hidrotermal. Gelul rezultat în această fază este forțat să pătrundă în porii filtrului ceramic 3 (până la încărcarea completă a porilor stratului ceramic interior al filtrului), prin aplicarea unei presiuni exterioare, în funcție de parametrii de funcționare ai filtrului (în limitele de presiune specificate în fișa tehnică de conformitate a fiecărui filtru). Ulterior impregnării gelului de silice în porii filtrului ceramic, întregul ansamblu filtrant (filtru ceramic cu silicea mezoporoasă impregnată în porii acestuia) este supus unui tratament hidrotermal la 100°C, timp de 24 h. Ulterior, ansamblul filtrant este spălat cu o cantitate semnificativă de apă distilată (până la o valoare a pH-ului levigatului de 7) și uscat la temperatura camerei peste noapte. Ultima etapă în procesul tehnologic de obținere a produsului final, este reprezentată de calcinarea ansamblului filtrant la o temperatură de 550°C, timp de 5 h. În urma acestui proces, se îndepărtează agentul activ de suprafață utilizat în procesul de sinteză a silicei mezoporoase, rămânând în interiorul porilor filtrului ceramic miceliile lungi și filamentose de silice mezoporoasă 6. Miceliile s-au dezvoltat în forma lor finală (cu dimensiuni cuprinse între 0,5 și 3 μm) în timpul tratamentului hidrotermal.	29
	31
	33
	35
	37
	39
	41
	43
	45

RO 13320 B1

1 Înglobarea particulelor de silice mezoporoasă în porii filtrelor ceramice după procesul
de sinteză a acesteia **6** se realizează prin prepararea unui amestec omogen de silice mezopo-
3 roasă calcinată cu o cantitate suficientă de apă distilată, iar soluția astfel obținută este forțată
să pătrundă în porii filtrului ceramic **3** (până la încărcarea completă a porilor stratului ceramic
5 interior al filtrului), prin aplicarea unei presiuni exterioare, în funcție de parametrii de funcțio-
nare ai filtrului (în limitele de presiune specificate în fișa tehnică de conformitate a fiecărui
7 filtru). Ulterior, întregului ansamblu filtrant este îi este aplicat un tratament termic la tempera-
tura de 105°C, în vederea uscării complete a acestuia.

9 Scopul principal al stratului exterior al filtrului ceramic (cu porozitate de 0,3...07 μm)
(2) este de a nu permite trecerea (spălarea) miceliilor de silice mezoporoasă cu dimensiuni
11 mai mici comparativ cu porozitatea stratului interior (2...4 μm) (3).

13 Filtrul ceramic cu silice mezoporoasă înglobată astfel obținut se utilizează în procese
de epurare a apei, specific pentru îndepărtarea metalelor grele, fiind încapsulat într-o
15 carcasă în linie **7**, prevăzută cu un racord de alimentare **8** pentru montarea etanșă a filtrului
ceramic **1** prin înfiletarea racordul **5**.

17 În urma testelor de eficiență realizate pe filtrul ceramic cu silice mezoporoasă
înglobată **1**, s-a putut constata faptul că acesta prezintă un randament ridicat de reținere a
metalelor grele în domeniul de pH cuprins între 5,5...10.

RO 133320 B1

Revendicări

1. Filtru ceramic cu silice microporoasă înglobată de tip lumânare, **caracterizat prin aceea că** este format din două straturi individuale ceramice cu două tipuri de porozități (**2 și 3**): o porozitate interioară (**3**) cuprinsă între 2...4 μm și o porozitate exterioară (**2**) cuprinsă între 0,3...0,7 μm , grosimea celor două straturi (**2 și 3**) fiind de 5 mm pentru fiecare strat, straturile ceramice ne reprezentând acoperiri sau alte tratamente chimice sau termice și este prevăzut cu un capac etanș (**4**) cu racord de alimentare cu apă (**5**) la partea superioară. 3 5 7
2. Filtru ceramic conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** filtrul are o lungime de minimum 25 cm și un diametru de minimum 5 cm, dimensiunile variind în funcție de instalația în care acesta va fi utilizat. 9 11
3. Procedeu de impregnare a filtrului ceramic cu silice mezoporoasă în timpul procesului de sinteză, **caracterizat prin aceea că** acesta cuprinde următoarele etape: 13
- forțarea gelului de silice rezultat înaintea aplicării tratamentului hidrotermal să pătrundă în porii filtrului ceramic până la încărcarea completă a porilor stratului ceramic interior al filtrului (**3**), prin aplicarea unei presiuni exterioare, în funcție de parametrii de funcționare ai filtrului; 15 17
 - supunerea ansamblului filtrant obținut unui tratament hidrotermal la 100°C, timp de 24 h; 19
 - spălarea cu apă distilată până la o valoare a pH-ului levigatului de 7;
 - uscarea la temperatura camerei urmată de calcinare la o temperatură de 550°C, timp de 5 h. 21
4. Procedeu de impregnare a filtrului ceramic cu silice mezoporoasă după procesul de sinteză, **caracterizat prin aceea că** silicea mezoporoasă calcinată este amestecată, până la omogenizare, cu apă distilată, iar soluția astfel obținută este forțată să pătrundă în porii filtrului ceramic până la încărcarea completă a porilor stratului ceramic interior al filtrului (**3**), prin aplicarea unei presiuni exterioare, în funcție de parametrii de funcționare ai filtrului, urmată de supunerea întregului ansamblu filtrant unui tratament termic la temperatura de 105°C, în vederea uscării complete a acestuia. 23 25 27 29

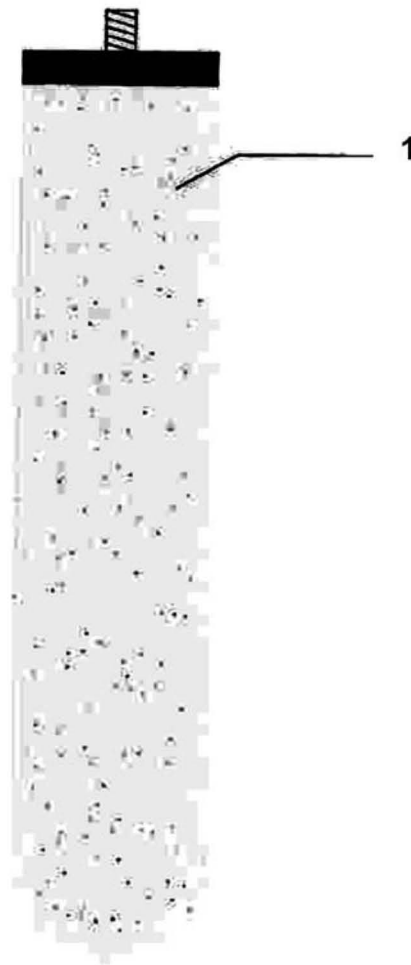


Fig. 1

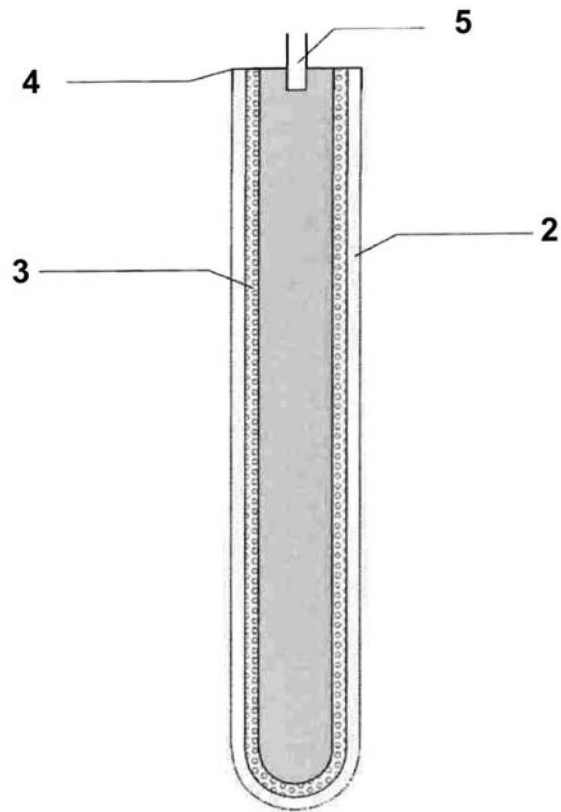


Fig. 2

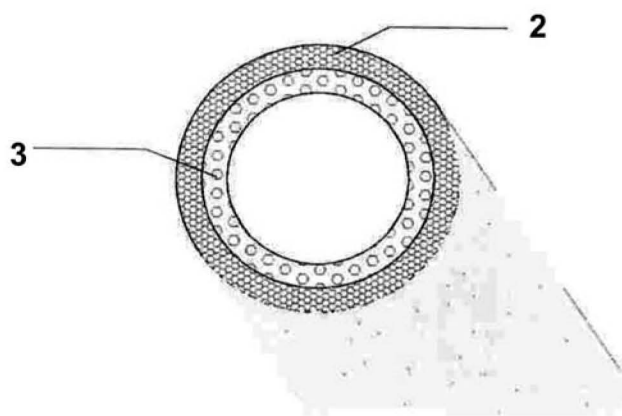


Fig. 3

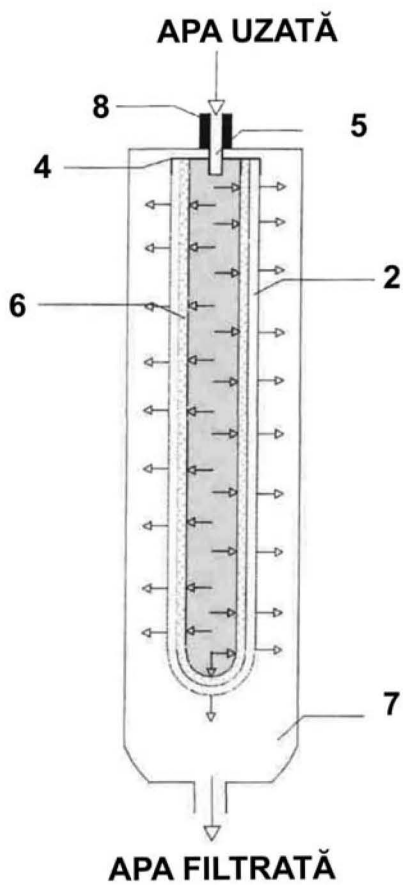


Fig. 4

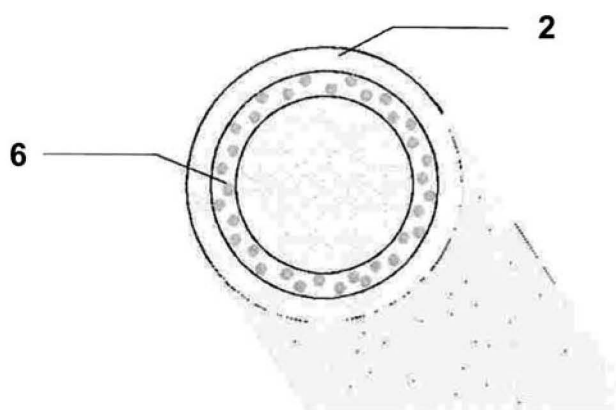


Fig. 5

