(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENŢII ŞI MĂRCI
Bucureşti

ROMÂNIA

(11) RO 133758 A2

(51) Int.Cl.
*B22F 1/00* (2006.01);
*B22F 9/04* (2006.01);
*F26B 5/00* (2006.01)

(12) **CERERE DE BREVET DE INVENŢIE**

(21) Nr. cerere: **a 2018 00415**

(22) Data de depozit: **12/06/2018**

(41) Data publicării cererii:
**30/12/2019** BOPI nr. **12/2019**

(71) Solicitant:
• **PROCESS INNOVATION NUCLEUS S.R.L.**, *CALEA BUCUREŞTI NR.289, CAMERA 1, MIHĂILEŞTI, GR, RO*

(72) Inventatori:
• **FICAI ANTON**, *STR. RAHOVEI NR. 30-32, SC. 2, ET. 1, AP. 11, BRAGADIRU, IF, RO;*
• **BANU GEANINA SILVIANA**, *BD. THEODOR PALLADY, NR.30C, BLOC T3, ET.4, AP.42, SECTOR 3, BUCUREŞTI, B, RO;*
• **FICAI DENISA**, *STR. RAHOVEI NR. 30-32, SC. 2, ET. 1, AP. 11, BRAGADIRU, IF, RO;*
• **BANU VIRGIL CLAUDIU**, *CALEA 13 SEPTEMBRIE, NR.130, BL.P36, SC.1, AP.33, SECTOR 5, BUCUREŞTI, B, RO;*
• **COSTACHE NICOLAE**, *ŞOS.OLTENIŢEI NR.234, BL.58, SC.A, ET.5, AP.23, SECTOR 4, BUCUREŞTI, B, RO*

(54) **PROCEDEU DE OBŢINERE A NANOPULBERILOR, INSTALAŢIE PENTRU REALIZAREA PROCEDEULUI ŞI NANOPULBERI ASTFEL OBŢINUTE**

(57) **Rezumat:**

Invenţia se referă la un procedeu de obţinere a nanopulberilor, la o instalaţie pentru realizarea procedeului şi la nanopulberile produse utilizând procedeul respectiv. Procedeul conform invenţiei cuprinde o primă etapă de amestecare a materialului de bază cu un catalizator pe bază de metal reactiv, topirea amestecului cu ajutorul microundelor, concomitent cu omogenizarea şi degazeificarea cu ajutorul ultrasunetelor, până la obţinerea unui aliaj solid, urmată de dezintegrarea aliajului în nanopulberi şi de separarea catalizatorului de nanopulberile astfel obţinute, dezintegrarea fiind realizată prin răcirea în prezenţa ultrasunetelor, în condiţii de umiditate, urmată de uscarea rapidă în vid în prezenţa ultrasunetelor, concomitent cu încălzirea nanopulberilor rezultate, aflate în amestec cu catalizatorul, şi, în vederea separării, aplicarea asupra acestora a unui câmp electrostatic, de asemenea în prezenţa ultrasunetelor, urmată de colectarea gravitaţională a nanopulberilor. Instalaţia conform invenţiei este alcătuită din două reactoare independente, aferente celor două etape ale procedeului, primul reactor fiind prevăzut cu o izolaţie termică, în interiorul căreia este dispus un creuzet dintr-un material care absoarbe microundele şi în care este dispus un al doilea creuzet dintr-un material opac la microunde, în care sunt introduse materialul de bază şi catalizatorul, şi în care este condusă topirea, reactorul, împreună cu cele două creuzete, fiind acoperite cu un capac prevăzut cu o sonotrodă cu traductor, racordate la un generator de ultrasunete şi la un dispozitiv de măsurare a temperaturii, care pătrund în cel de-al doilea creuzet, în topitură, şi se rotesc împreună cu capacul, omogenizând topitura, al doilea reactor având un dispozitiv de umidificare a aerului şi un al doilea generator de ultrasunete, o sursă de vid, o sursă de încălzire şi o sursă de înaltă tensiune pentru realizarea dezintegrării, uscării ultrarapide şi a separării.

Revendicări: 10
Figuri: 2

*Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecţia conferită potrivit dispoziţiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepţia cazurilor în care cererea de brevet de invenţie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecţiei conferite de cererea de brevet de invenţie este determinată de revendicările conţinute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).*

RO 133758 A2

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2018 00415
Data depozit 12-06-2018

15

# PROCEDEU DE OBȚINERE A NANOPULBERILOR, INSTALAȚIE PENTRU REALIZAREA PROCEDEULUI ȘI NANOPULBERI ASTFEL OBȚINUTE

Invenţia se referă la un procedeu de obţinere a nanopulberilor, o instalaţie pentru realizarea procedeului şi la nanopulberile produse utilizând procedeul respectiv.

Din documentul CN103866154, este cuoscută o metodă pentru realizarea unui material compozit cu particule durificatoare micro-nano-metrice, care cuprinde următoarele etape: -măcinarea mecanică, într-o moară cu bile, a particulelor micro-nano-metrice cu o pulbere de matrice metalică; -realizarea topiturii metalice; -adăugarea metalului topit la pulberea mixtă măcinată şi procesarea topiturii obţinute prin utilizarea unui câmp ultrasonic sau a unui câmp combinat de ultrasunete şi unde electromagnetice; şi –realizarea turnării prin răcire sau a tunării în formă de tunare, pentru obţinerea unui material compozit cu matrice metalică, cu distribuţie omogenă de particule de ranforsare micro-nano-metrice ceramice de SiC, WC, $Al_4C_3$, $B_4C$, $ZrB_2$, TiB, $Al_2O_3$ şi AlN în material metalic din aliaj de aluminiu, aliaj de magneziu şi altele asemănătoare.

Din documentul CN200958111Y, este cunoscută o instalaţie de topire cu microunde, în special pentru reducerea şi topirea metalelor, utilizând ca sursă de încălzire energia microundelor generate de un generator de microunde, instalaţia având în componenţă un generator cu microunde, dispus în circumferinţa incintei instalaţiei, în interiorul incintei fiind dispus un sistem de răcire şi reciclare a apei cu buclă închisă, o vatră de cuptor formată din carborund sinterizat, pe peretele interior incinta având un strat de ceramică şi fibră de carbon, iar la partea superioară având un capac al cuptorului, care are un detector de temperatură în infraroşu şi un orificiu de alimentare continuă, în partea inferioară a incintei fiind un spaţiu de intrare a apei. Instalaţia realizează încălzirea, topirea unor minerale sau a unor metale direct în interiorul cuptorului cu microunde, inclusiv topirea şi reducerea metalelor speciale. Prin această instalaţie nu se obţin nanopulberi.

Din publicaţia WO 2013/087227, respectiv brevetul EP 2790857, este cunoscut un procedeu de obţinere a nanopulberilor prin pulverizarea unui material de bază, care cuprinde o etapă de amestecare a materialului cu cel puţin un catalizator pe bază de metal reactiv şi, în continuare, topirea amestecului rezultat prin expunerea la radiaţii electromagnetice de frecvenţă înaltă, de exemplu microunde, până la obţinerea unui aliaj, urmată de o a doua etapă de dezintegrare a aliajului rezultat până la nivel de nanopulbere prin răcirea acestuia în prezenţa oxigenului şi a apei şi separare pe cale gravitaţională a catalizatorului de nanopulberile astfel obţinute.

Separarea nanopulberilor conform procedeului cunoscut are loc într-un interval de timp de circa 10-12 ore.

Reactorul în care este condus acest procedeu, are integrate în pereţi, surse de înaltă frecvenţă, de exemplu microunde, cu fascicolul orientat către centrul geometric al secţiunii reactorului. În acest reactor, se realizează topirea amestecului, fără a se asigura omogenizarea acestuia.

În cadrul procedeului cunoscut de obţinere a nanopulberilor, cu instalaţia aferentă, nu se realizează separarea nanopulberilor de catalizator. Aliajul obţinut în urma topirii este lăsat să se răcească în condiţii atmosferice pentru dezintegrare, componentele fiind separate ulterior prin metode conoscute. Aceaste operaţiuni necesită timp îndelungat, în detrimentul productivităţii şi al calităţii nanopulberilor.

Din publicaţia CN103785511 (A), este cunoscut un procedeu de preparare a nanopulberilor de înaltă performanţă, condus cu ajutorul microundelor şi al ultrasunetelor, într-un dispozitiv tip moară cu bile. Dispozitivul tip moară cu bile dispus într-un generator de microunde este conectat la partea superioară a unui generator de ultrasunete, formându-se astfel un dispozitiv în care amestecarea cu bile este realizată în prezenţa microundelor şi ultrasunetelor. Amestecarea este performantă şi permite accelerarea reducerii, oxidării şi descompunerii materialelor utilizate. Procedeul porneşte de la material de bază sub formă de pulberi de diverse materiale şi un mediu de soluţie, permiţând obţinerea de nanopulberi de oxizi metalici, ferite, ferite compozite şi alte materiale magnetice şi luminiscente. Pentru obţinerea nanopulberilor de calitatea dorită, procedeul trebuie repetat de două sau trei ori, ceea ce implică durată relativ mare.

Procedeele şi instalaţiile cunoscute nu asigură obţinerea într-un interval de timp redus a nanopulberilor, cu menţinerea calităţii superioare din punctul de vedere a dimensiunii şi formei particulelor nanopulberii astfel obţinute.

Un obiectiv al invenţiei îl reprezintă creşterea productivităţii obţinerii nanopulberilor, cu păstrarea calităţii materialului obţinut.

Problema pe care o rezolvă invenţia constă în crearea unor condiţii de desfăşurare a procedeului şi a unei instalaţii pentru conducerea acestuia, care să permită obţinerea de nanopulberi de formă şi dimensiuni similare, evitarea aglomerării acestora, într-un timp scurt, cu recuperarea integrală a materialelor utilizate.

Procedeul de obţinere a nanopulberilor prin pulverizarea unui material de bază, care cuprinde o etapă de amestecare a materialului cu cel puţin un catalizator pe bază de metal reactiv şi, în continuare, topirea amestecului rezultat prin expunerea la radiaţii electromagnetice de frecvenţă înaltă, de exemplu microunde, concomitent cu omogenizarea şi degazeificarea,

conduse în mod continuu, cu ajutorul ultrasunetelor de joasă frecvenţă până la obţinerea unui aliaj solid, urmată de o a doua etapă de dezintegrare a aliajului rezultat până la nivel de nanopulbere prin răcirea acestuia în prezenţa oxigenului şi a apei şi de separare a catalizatorului de nanopulberile astfel obţinute, rezolvă problema propusă prin aceea că dezintegrarea până la nivel de nanopulbere a aliajului solid este realizată prin răcirea aliajului în prezenţa ultrasunetelor, în condiţii de umiditate, urmată de uscarea rapidă în vid, în continuare în prezenţa ultrasunetelor, concomitent cu încălzirea nanopulberilor rezultate aflate în amestec cu catalizatorul, şi, în final, în vederea separării, aplicarea asupra nanopulberilor aflate în amestec cu catalizatorul, a unui câmp electrostatic, de asemenea în prezenţa ultrasunetelor, urmată de colectarea gravitaţională a nanopulberilor astfel separate de catalizator.

Instalaţia pentru realizarea procedeului rezolvă problema propusă prin aceea că este alcătuită din două reactoare, care funcţionează independent, aferente celor două etape ale procedeului, un prim reactor pentru amestecarea şi topirea material de bază şi catalizatorului şi omogenizarea şi degazeificarea aliajului rezultat şi un al doilea reactor pentru dezintegrarea aliajului până la nivel de nanopulbere, urmată de separarea materialului de bază de catalizator, în care primul reactor este prevăzut cu o izolaţie termică, în interiorul căreia este dispus un creuzet dintr-un material care absoarbe microundele şi, în care, la rândul său, este dispus un al doilea creuzet dintr-un material opac la microunde, în care sunt introduse materialul de bază şi catalizatorul şi în care este condusă topirea, reactorul împreună cu cele două creuzete fiind acoperite cu un capac prevăzut cu o sonotrodă cu traductor, racordate la un generator de ultrasunete şi cu un dispozitiv de măsurare a temperaturii, care pătrund în cel de-al doilea creuzet, în topitură, şi se rotesc împreună cu capacul, contribuind la omogenizarea topiturii, iar cel de al doilea reactor, etanş şi izolat electric, în care este introdus aliajul rezultat în urma topirii, are cuplate un dispozitiv de umidificare a aerului şi un al doilea generator de ultrasunete, precum şi o sursă de vid, o sursă de încălzire şi o sursă de înaltă tensiune pentru realizarea dezintegării, uscării ultrarapide şi a separării.

Invenţia mai are ca obiect o unitate de obţinere a nanopulberilor, folosind simultan materiale de bază diferite, care constă dintr-un număr de 2...n instalaţii obiect al invenţiei, pentru realizarea procedeului obiect al invenţiei, cuplate la şi controlate independent de un panou de comandă comun.

Invenţia mai are ca obiect nanopulberile de materiale de bază obţinute din procedeul conform invenţiei, într-o instalaţie sau într-o unitate de lucru, conform invenţiei.

Avantajele invenţiei constau în aceea că:

Prin aplicarea procedeului, nanopulberile se obţin într-un interval de timp redus la peste jumătate faţă de procedeele cunoscute şi prezintă calitate superioară din punctul de vedere al dimensiunii şi formei particulelor. Nanopulberile obţinute au dimensiuni şi forme similare, iar aglomerarea particulelor este prevenită. Aceasta se datorează în special dezintegrării rapide a aliajului solid şi separării controlate a acestuia, după ce a fost eficient omogenizat în timpul topirii;

Invenţia permite recuperarea totală a catalizatorului în vederea refolosirii;

Procedeul nu necesită repetarea operaţiilor/etapelor pentru obţinerea nanopulberilor la calitatea dorită.

Dezintegrarea şi separarea nanopulberilor de catalizator se realizează cu costuri reduse, în condiţii prietenoase cu mediul, cu un consum redus de energie şi fără produse secundare.

Invenţia este prezentată în continuare pe baza unui exemplu concret de realizare cu ajutorul figurilor 1 şi 2, care reprezintă:

Fig 1. Secţiune verticală prin reactorul 1

Fig. 2 Secţiune verticală prin reactorul 1a

Instalaţia de realizare a procedeului constă dintr-un prim reactor 1, prevăzut cu izolaţia termică 2, având pereţii exteriori construiţi din inox. Reactorul are formă de cilindru şi este dispus vertical pe cadrul suport tip masă 3. Cilindrul este prevăzut la partea superioară cu un perete din acelaşi material, respectiv inox şi are un decupaj în centru. Reactorul 1 cuprinde sursele (generatoarele) de microunde 4, de exemplu în număr de trei, care dispun de magnetroanele 5. Acestea sunt montate pe pereţii reactorului 1, fiind cuplate la nişte ferestre (decupaje) (nefigurate) practicate în pereţii, prin ghidurile de undă 6. Ghidurile de undă 6 permit pătrunderea microundelor şi crearea unui câmp de microunde în interiorul reactorului 1. Geometria câmpului de microunde, respectiv geometria reactorului 1, şi poziţionarea ferestrelor pentru cuplarea magnetroanelor 5 cu ajutorul ghidurilor de undă 6, este configurată astfel încât să permită concentrarea energiei către zona centrală a reactorului 1.

Reactorul 1 mai cuprinde creuzetul 7, construit dintr-un material opac la microunde, de exemplu inox refractar, platină, etc. Creuzetul 7 este dispus în zona centrală a reactorului 1 şi are preferabil, formă cilindrică, iar în partea de jos are un orificiu 7' cu ştuţ de scurgere construit din acelaşi material opac la microunde. Creuzetul 7 este prevăzut în partea de sus cu gulerul 7'' construit din acelaşi material opac la microunde. Creuzetul 7 se sprijină cu gulerul 7'' pe peretele din partea superioară a reactorului 1, fiind introdus în interiorul reactorului 1 printr-un decupaj prevăzut în acest scop în centrul peretelui reactorului 1.

Reactorul 1 mai cuprinde un al doilea creuzet 8, construit dintr-un material care absoarbe microunde, de exemplu materiale ceramice, cum ar fi carbura de siliciu. În interiorul creuzetului 8 este amplasat creuzetul 7. Creuzetul 8 are formă cilindrică, având practicat în partea de jos un orificiu 8' cu ştuţ construit din acelaşi material care absoarbe microunde ca şi întregul corp al creuzetului 8. Această formă constructivă permite amplasarea în interiorul său a creuzetului 7.

Procesul de topire şi omogenizare a amestecului format din materialul de bază şi cel puţin un catalizator de metale reactive se realizează astfel în interiorul creuzet 7 opac la microunde printr-un proces de încălzire indirectă, respectiv prin transferul de căldură de la creuzetul 8 către creuzetul 7.

Într-o variantă de realizare, în reactorul 1, creuzetul 8 care absoarbe microunde este înlocuit cu pulbere ceramică susceptoare la microunde, dispusă în jurul creuzetului 7 opac la microunde, astfel încât să formeze un perete care absoarbe microunde în jurul acestuia. În acest sens, între izolaţia termică 2 şi creuzetul 7 există un spaţiu cilindric în care se introduce pulberea ceramică susceptoare la microunde, astfel încât aceasta să înconjoare creuzetul 7. Această formă constructivă eficientizează absorbţia microundelor de către pulberea ceramică susceptoare la microunde deoarece starea de pulbere permite o absorbţie mai bună decât starea solidă a peretelui creuzetului 8.

Izolaţia termică 2 este realizată dintr-un material flexibil trasparent la microunde, cum este pâsla din fibră ceramică superaluminoasă. Izolaţia 2 este dispusă între pereţii de inox ai reactorului 1 şi creuzetul 8.

Reactorul 1 mai este prevăzut la partea inferioară, cu placa solidă 9, din izolaţie termică transparentă la microunde, având practicată în centru un decupaj pentru scurgerea amestecului topit prin ştuţul creuzetului 7, la finalul procesului de topire şi omogenizare a amestecului.

Toate componentele reactorului 1 sunt prevăzute şi dispuse astfel încât să ţină cont de spaţiile necesare dilatării materialelor în timpul procesului de încălzire.

Reactorul 1 este prevăzut cu capacul 10, cu deplasare pe verticală, realizat din inox şi izolat termic la interior cu stratul 11 din material cum ar fi fibra ceramică. Capacul 10 dispune de sistemul de translaţie (deplasare) pe verticală 12, compus de exemplu dintr-o coloană de ridicare, acţionată de un motor şi montată pe un suport de susţinere (nefigurate), prevăzut cu un braţ (nefigurate) de care este prins capacul 10, care să permită ridicarea şi coborârea

acestuia. Sunt posibile şi alte sisteme de translaţie (deplasare) pe verticală a capacului, pentru scopul invenţiei.

Capacul 10 dispune şi de sistemul de mişcare de rotaţie 13, fiind prevăzut în acest sens cu o roată dinţată (sau coroană dinţată) şi rulmenţi miniaturali pentru uşurinţa mişcării. Roata dinţată este acţionată, de exemplu, de un motoreductor dispunând de suportul aferent, pe axul căruia este montată o roată dinţată compatibilă (nefigurate). Pentru scopul invenţiei sunt posibile şi alte sisteme de mişcare rotaţie a capacului.

Capacul 10 este prevăzut, de asemenea, cu trei degajări, care permit pătrunderea tijei de golire-turnare 14, termocuplei 15 pentru măsurarea temperaturii în interiorul creuzetului 7, în interiorul amestecului în timpul topirii, şi unei sonotrode cu traductorul aferent 16. Sonotroda cu traductorul aferent 16 sunt racordate la sursa de ultrasunete 17.

Într-o variantă de realizare, reactorul 1 este prevăzut suplimentar cu un dispozitiv de măsurare a temperaturii (nefigurat) la nivelul creuzetului 8 pentru a determina diferenţele de temperatură la nivelul materialului care absoarbe microunde al creuzetului 8 faţă de interiorul creuzetului 7 în care se realizează topirea.

Tija de golire-turnare 14 este construită dintr-un material rezistent la temperaturi înalte, cu ar fi inox refractar, alumină, etc., şi este utilizată pentru a controla evacuarea amestecului topit prin orificiul 7'. Tija de golire-turnare 14 este construită astfel încât să blocheze orificiul 7'. Tija de golire-turnare 14 poate fi acţionată prin ridicare şi coborâre, fie odată cu ridicarea şi coborârea capacului 10, fie independent, de exemplu printr-un mecanism acţionat de la distanţă, manual sau automat, tip pârghie.

Termocupla 15 pentru măsurarea temperaturii în interiorul creuzetului 7 este prevăzută astfel încât să fie introdusă în interiorul amestecului în timpul topirii, fiind ridicată şi coborâtă, preferabil, odată cu ridicarea şi coborârea capacului 10.

Sonotroda cu traductorul aferent 16, racordată la sursa de ultrasunete 17, este montată astfel încât să fie introdusă în interiorul amestecului în timpul topirii pentru omogenizarea şi degazificarea acestuia, fiind ridicată şi coborâtă, preferabil odată cu ridicarea şi coborârea capacului 10. Sonotroda cu traductorul aferent 16 se roteşte, odată cu rotirea capacului 10 acţionat de sistemul de mişcare de rotaţie 13, în interiorul amestecului, în timpul topirii, pentru omogenizarea acestuia.

Reactorul 1 este acoperit cu o carcasă (nefigurată) construită dintr-un material uşor şi incolor, cum ar fi policarbonatul, cu inserţie de plasă de inox, care asigură izolarea eventualelor scurgeri de microunde. Carcasa dispune de uşi de acces laterale şi sistem de ventilaţie.

Reactorul 1, împreună cu suporturile sistemului de translaţie (deplasare) pe verticală 12 şi ale sistemului de mişcare de rotaţie 13, sunt amplasate pe cadrul suport tip masă 3.
Cadrul suport tip masă 3 este prevăzut cu un orificiu (nefigurat) care corespunde orificiului 7', situat în partea de jos a reactorului 1, prin care se scurge amestecul topit din creuzetul 7 la finalul procesului de topire. Cadrul suport tip masă 3 cuprinde şi nacela 18, în care se scurge amestecul topit, prin orificiul 7'.
Nacela 18 este confecţionată dintr-un material cu ar fi tabla de inox şi cuprinde un dispozitiv de încălzire, de exemplu pe bază de rezistenţă electrică, şi un dispozitiv de control al temperaturii, de exemplu un termocuplu, alte sisteme fiind posibile în acest sens (nefigurate). Nacela 18 este izolată la exterior cu fibră ceramică, fiind introdusă într-o carcasă din tablă de oţel inox.
Controlul procesului din reactorul 1 este realizat de un panoul de control.
În reactorul 1 se realizează topirea rapidă a amestecului din materialul de bază şi catalizatorul pe bază de metal reactiv, cu ajutorul frecvenţelor înalte, simultan cu amestecarea mecanică, omogenizarea şi degazeificarea în condiţii de cavitaţie cu ajutorul ultrasunetelor a amestecului.

În reactorul 1a, care funcţionează independent de reactorul 1, are loc în continuare procesarea în condiţii controlate a aliajului rezultat, în prezenţa oxigenului şi a apei, în scopul pulverizării materialului de bază în nanopulbere şi înlăturarea catalizatorului de metal reactiv din nanopulberea produsă.
Reactorul 1a constă dintr-un recipient bine etanşat, pretabil pentru condiţii de cel puţin vid preliminar, izolat electric, şi la care sunt cuplate sursa de umidificare a aerului 19, sursa de vid 20, sursa de ultrasunete 21, având frecvenţa de lucru de ordinul Khz, sursa de încălzire 22, dispusă în interiorul reactorului 1a, şi sursa de înaltă tensiune în curent continuu 23, cu o tensiune de ieşire ajustabilă de ordinul kV. Reactorul 1a are preferabil formă cilindrică, amplasat în poziţie orizontală pe un cadru (nefigurat), şi protejat de o carcasă (nefigurată) şi este construit, de exemplu, din oţel. Reactorul 1a poate fi construit şi din alte materiale, care permit crearea de condiţii de cel puţin vid preliminar şi izolare electrică. Alte forme ale recipientului 1a sunt, de asemenea, posibile în cadrul invenţiei.
Reactorul 1a mai cuprinde, la unul dintre pereţii laterali opuşi, capacul de acces 24, iar în partea inferioară este prevăzut cu două colectoare 25, unul pentru colectarea produsului de tip nanopulbere rezultat din proces, iar celălalt a catalizatorului.
Cei doi pereţi laterali opuşi sunt prevăzuţi cu electrozii 26, de exemplu electrozi de inox, care sunt conectaţi la sursa de înaltă tensiune în curent continuu 23. Pentru izolarea electrică a

reactorului 1a, pereții interiori ai acestuia, sunt izolați, de exemplu, prin aplicarea unor straturi de rășină tip bachelită; trecerile pentru componentele electrice sunt realizate, de exemplu, prin treceri închise cu același tip de răsină.

Sursa de încălzire 22, este, de exemplu, pe bază de rezistență. Pentru controlul temperaturii se poate utiliza, de exemplu, o sondă de temperatură, iar pentru controlul presiunii, de exemplu, o sondă de presiune.

Pentru asigurarea ce puțin a vidului preliminar, sursa de vid 20 este, de exemplu o pompă de vid racordată, la partea superioară a reactorului 1a. Pentru umidificarea aerului din interiorul reactorului 1a, sursa de umidificare a aerului 19 este, de exemplu, un umidificator cu atomizor de apă cu ultrasunete, racordat prin partea superioară a reactorului.

Aliajul solid rezultat în urma topirii este introdus în reactorul 1a și plasat pe un suport tip sită (nefigurat), dispus în partea de sus a reactorului 1a, sub sursa de încălzire 22, fiind montat pe pereții cilindrici ai reactorului 1a.

Reactorul 1a este prevazut cu un panou de control.

Într-o variantă de realizare a invenției, unitatea integrată de obținere a nanopulberilor permite folosirea simultană de materiale de bază diferite, care conduc la obținerea concomitentă a diferite nanopulberi, în funcție de materialele de bază introduse. Unitatea constă dintr-un număr de 2...n instalații care cuprind reactorul 1 și reactorul 1a, cuplate la și controlate independent de un panou de comandă comun. Procedeul de obținere este același în toate instalațiile care funcționează independent, dar simultan.

Procedeul de obținere a nanopulberilor în instalația prezentată este descris în continuare.

Materialul de bază, constând din compuși metalici sau nemetalici, în formă solidă, este amestecat cu cel puțin un catalizator pe bază de metal reactiv, în special metale alcalino-pământoase, în proporție de 30:70 material de bază la catalizator, cu dimensiuni, de exemplu, de la bucăți de aproximativ 2 $cm^3$, granule până la pulbere. Proporția material de bază la catalizator poate varia de la 30:70 până la 80:20.

În stabilirea amestecului dintre materialul de bază și catalizator, este important să se formeze un aliaj cu punct de topire mai scăzut decât punctele de topire ale fiecăreia din componente. Catalizatorul este astfel ales încât să reducă vâscozitatea în timpul topirii și să prezinte proprietăți higroscopice, care, în timpul fenomenului de higroscopie, în reactorul al doilea al instalației, să piardă din densitate și să crească semnificativ în volum. Această etapă inițială de obținere a amestecului pentru topire se poate realiza, într-o primă fază, fie manual, fie, în cazul

pulberilor, cu ajutorul unor dispozitive de centrifugare uzuale, cunoscute. Amestecul se introduce în primul reactor al instalaţiei, respectiv în interiorul creuzetului opac la microunde. Topirea rapidă a amestecului se realizează cu ajutorul frecvenţelor înalte, de preferinţă microunde, cu o putere radiantă utilă totală între 2400W şi 4500W, la o frecvenţă de 2,45 GHz. Simultan cu topirea rapidă, se realizează omogenizarea şi degazeificarea, în vederea eliminării hidrogenului prezent în compoziţia amestecului, conduse în mod continuu, cu ajutorul ultrasunetelor, cu putere sonică între 500 şi 1000W, la o frecvenţă între 20 - 40 Khz. De preferinţă, introducerea sonotrodei generatorului de ultrasunete în amestecul din materialul de bază şi catalizator se realizează când acesta atinge faza de topitură, pentru o durată, de exemplu, de aproximativ 15 minute. Prin utilizarea ultrasunetelor, se creează condiţii pentru cavitaţie, care asigură eliminarea hidrogenului şi topirea rapidă a materialului brut, îmbunătăţirea densităţii, omogenitarea şi plasticitatea în faza de topitură.

Omogenizarea şi degazeificarea cu ajutorul ultrasunetelor sunt conduse simultan cu amestecarea mecanică a amestecului din materialul de bază şi catalizator printr-o mişcare de rotaţie a capacului primului reactor – mişcare dus-întors. Această mişcare antrenează mişcarea dus-întors în interiorul amestecului a sonotrodei şi a termoculpei, ambele montate pe capacul primului reactor al instalaţiei, aşa cum s-a menţionat.

Aliajul obţinut în stare de topitură din interiorul primului reactor al instalaţiei este apoi evacuat în interiorul nacelei şi se lasă un timp pentru solidificare. Aliajul solid rezultat se introduce în incinta celui de-al doilea reactor al instalaţiei.

În interiorul celui de-al doilea reactor, se realizează umidificarea aerului din jurul aliajului solid, tot în prezenţa ultrasunetelor, astfel încât catalizatorul conţinut în aliaj să absoarbă apa şi să se producă dezintegrarea aliajului până la nivel de nanopulbere. Câmpul de ultrasunete poate fi generat, de exemplu, de un generator de ultrasunete cu putere sonică între 500 şi 1000W, la o frecvenţă între 20 - 40 Khz. Dezintegrarea aliajului solid asistată de ultrasunete şi produsă ca urmare a reacţiei catalizatorilor cu oxigenul şi cu apa, în condiţii de umiditate controlată, conduce la distrugerea structurii cristaline a materialului de bază conţinut în aliaj.

În continuare, se efectuează uscarea rapidă în condiţii de vid preliminar, de exemplu 0,2 mbar, a nanopulberilor rezultate aflate în amestec cu catalizatorul, tot în prezenţa ultrasunetelor, precum şi în prezenţa unei surse de încălzire de până la aprox. 150°C. Simultan cu uscarea rapidă în vid se realizează încărcarea triboelectrică a nanopulberilor în vid, precum şi încărcarea electrică prin aplicarea unui câmp electrostatic generat de preferinţă de o sursă de înaltă tensiune în curent continuu, de asemenea în prezenţa ultrasunetelor. Efectul triboelectric,

respectiv de încărcare a nanoparticulelor datorită coliziunii dintre acestea este favorizat de condiţii de vacuum şi de prezenţa ultrasunetelor.

În acest mod, se realizează separarea nanopulberii de catalizator.

Separarea se produce la câte unul dintre pereţii opuşi ai celui de-al doilea reactor, conectaţi la sursa de înaltă tensiune în curent continuu, sub acţiunea forţei electrostatice şi a forţei gravitaţionale. Separarea electrostatică a particulelor încărcate triboelectric se produce când forţa electrostatică este suficient de puternică astfel încât să schimbe traiectoria particulelor către electrozii de pe pereţii opuşi cu sarcină electrică opusă. Astfel, este posibilă ulterior colectarea gravitaţională, la pereţi opuşi, a nanopulberilor şi catalizatorului. Sursa de înaltă tensiune poate avea o tensiune de ieşire ajustabilă de ordinul de la 1000V până la 20000V.

Separarea catalizatorilor de nanopulberea materialului de bază este astfel realizată cu ajutorul campului electrostatic generat atât de sursa de înaltă tensiune în curent continuu, cît şi de frecarea particulelor în condiţii de vacuum şi în prezenţa ultrasunetelor, şi cu ajutorul gravitaţiei.

Aliajul de reacţie este dezintegrat în reactorul al doilea până la nivel de nanopulbere şi catalizatorul este separat de materialul procesat în cadrul aceluiaşi reactor. Nu există pierderi semnificative rezultate din procesul de dezintegrare şi separare, materia primă fiind valorificată în proporţie de 100%.

Nanopulberile obţinute conform procedeului descris şi utilizând instalaţia prezentată sunt de calitate superioară, având dimensiune şi formă similară a particulelor, fără aglomerări.

# PROCEDEU DE OBȚINERE A NANOPULBERILOR, INSTALAȚIE PENTRU REALIZAREA PROCEDEULUI ȘI NANOPULBERI ASTFEL OBȚINUTE

## *REVENDICĂRI*

1. Procedeu de obținere a nanopulberilor prin pulverizarea unui material de bază, care cuprinde o etapă de amestecare a materialului cu cel puţin un catalizator pe bază de metal reactiv şi, în continuare, topirea amestecului rezultat prin expunerea la radiaţii electromagnetice de frecvenţă înaltă, de exemplu microunde, concomitent cu omogenizarea şi degazeificarea, conduse în mod continuu, cu ajutorul ultrasunetelor de joasă frecvență până la obținerea unui aliaj solid, urmată de o a doua etapă de dezintegrare a aliajului rezultat până la nivel de nanopulbere prin răcirea acestuia în prezența oxigenului şi a apei şi de separare a catalizatorului de nanopulberile astfel obţinute, caracterizat prin aceea că dezintegrarea până la nivel de nanopulbere a aliajului solid este realizată prin răcirea aliajului în prezenţa ultrasunetelor, în condiții de umiditate, urmată de uscarea rapidă în vid, în continuare în prezența ultrasunetelor, concomitent cu încălzirea nanopulberilor rezultate aflate în amestec cu catalizatorul, şi, în final, în vederea separării, aplicarea asupra nanopulberilor aflate în amestec cu catalizatorul, a unui câmp electrostatic, de asemenea în prezența ultrasunetelor, urmată de colectarea gravitaţională a nanopulberilor astfel separate de catalizator.

2. Procedeu conform revendicării 1, în care materialul de bază este ales dintre compuşi metalici sau nemetalici sub formă de bucăți, granule sau pulbere.

3. Procedeu conform revendicării 1 şi 2, în care catalizatorul de metal reactiv este un compus de metal alcalino-pământos.

4. Procedeu conform revendicărilor 1 - 3, în care materialul de bază este amestecat cu catalizator în proporție material de bază la catalizator de la 30:70 până la 80:20.

5. Procedeu conform revendicărilor 1-4, în care dezintegrarea şi separarea sunt conduse într-o atmosferă cel puțin de vid preliminar, un câmp de ultrasunete cu o putere sonică de 500 ... 1000W, la o frecvență 20 – 40 Khz.

6. Instalaţie pentru realizarea procedeului de la revendicările 1-5, alcătuită din două reactoare, care funcţionează independent, aferente celor două etape ale procedeului,

un prim reactor (1) pentru amestecarea şi topirea material de bază şi catalizatorului şi omogenizarea şi degazeificarea aliajului rezultat şi un al doilea reactor (1a) pentru dezintegrarea aliajului până la nivel de nanopulbere, urmată de separarea materialului de bază de catalizator, în care primul reactor (1) este prevăzut cu o izolaţie termică (2), în interiorul căreia este dispus un creuzet (8) dintr-un material care absoarbe microundele şi, în care, la rândul său, este dispus un al doilea creuzet (7) dintr-un material opac la microunde, în care sunt introduse materialul de bază şi catalizatorul şi în care este condusă topirea, reactorul împreună cu cele două creuzete fiind acoperite cu un capac (10) prevăzut cu o sonotrodă cu traductor (16), racordate la un generator de ultrasunete (17) şi cu un dispozitiv de măsurare a temperaturii (15), care pătrund în cel de-al doilea creuzet (7), în topitură, şi se rotesc împreună cu capacul (10), contribuind la omogenizarea topiturii, iar cel de al doilea reactor (1a), în care este introdus aliajul rezultat în urma topirii, are cuplate un dispozitiv de umidificare a aerului (19) şi un al doilea generator de ultrasunete (21), precum şi o sursă de vid (20), o sursă de încălzire (22) şi o sursă de înaltă tensiune (23) pentru realizarea dezintegării, uscării ultrarapide şi a separării.

7. Instalaţie conform revendicării 6, în care reactorul (1) este prevăzut cu un sistem suplimentar de măsurare a temperaturii creuzetului (8).

8. Instalaţie de obţinere a nanopulberilor, ca la revendicările 6 şi 7, în care materialul care absoarbe microunde este sub formă de pulbere ceramică, dispusă între o izolaţie termică (2) şi un creuzet (7) pe care îl înconjoară.

9. Unitate de obţinere a nanopulberilor, folosind simultan materiale de bază diferite, care constă dintr-un număr de 2...n instalaţii ca la revendicarea 6 şi 7 sau 8, pentru realizarea procedeului de la revendicările 1-5, cuplate la şi controlate independent de un panou de comandă comun.

10. Nanopulberi de materiale de bază obţinute conform procedeului de la revendicările 1-5 într-o instalaţie conform revendicării 6 şi 7 sau 8.

Figura 1

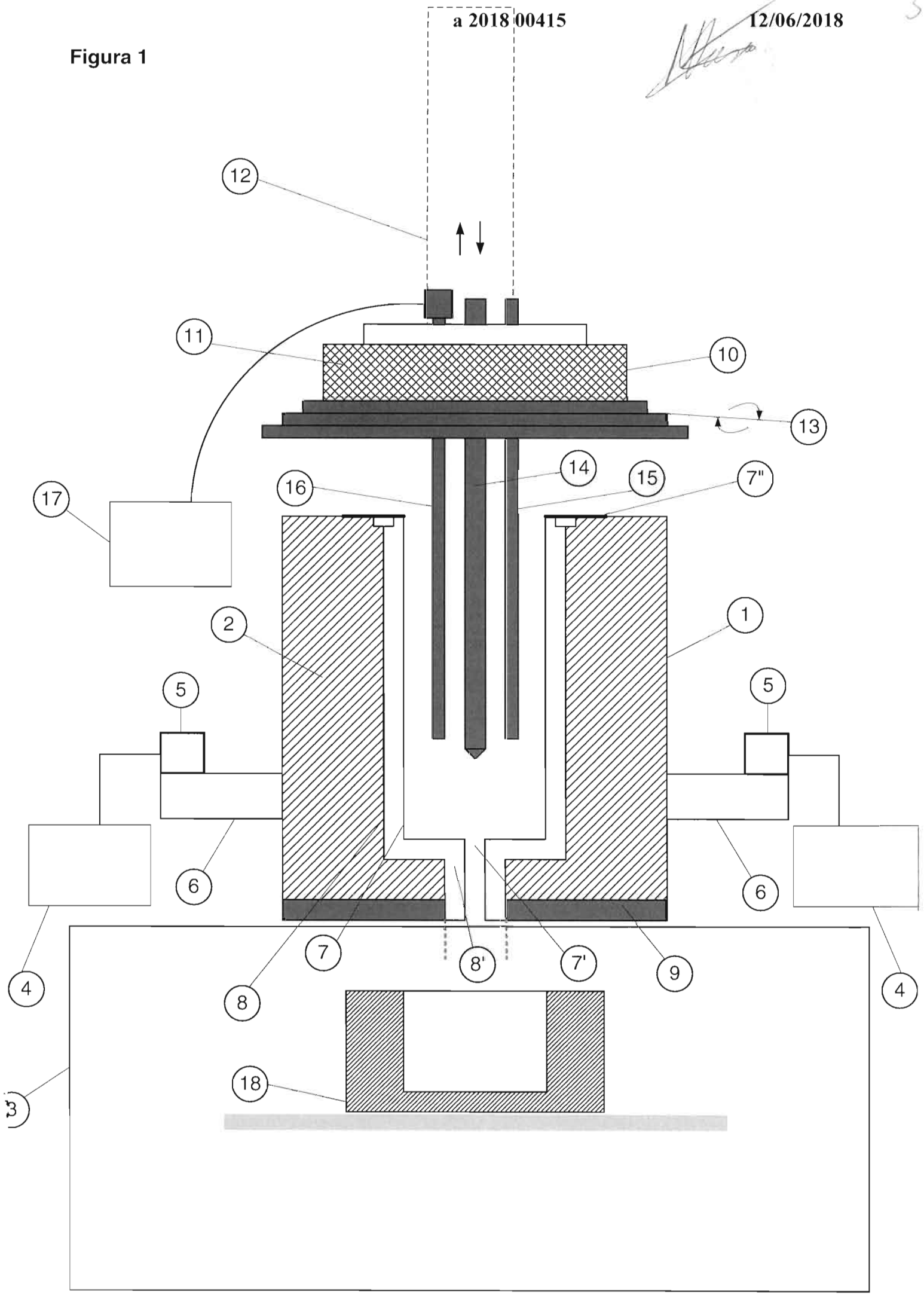
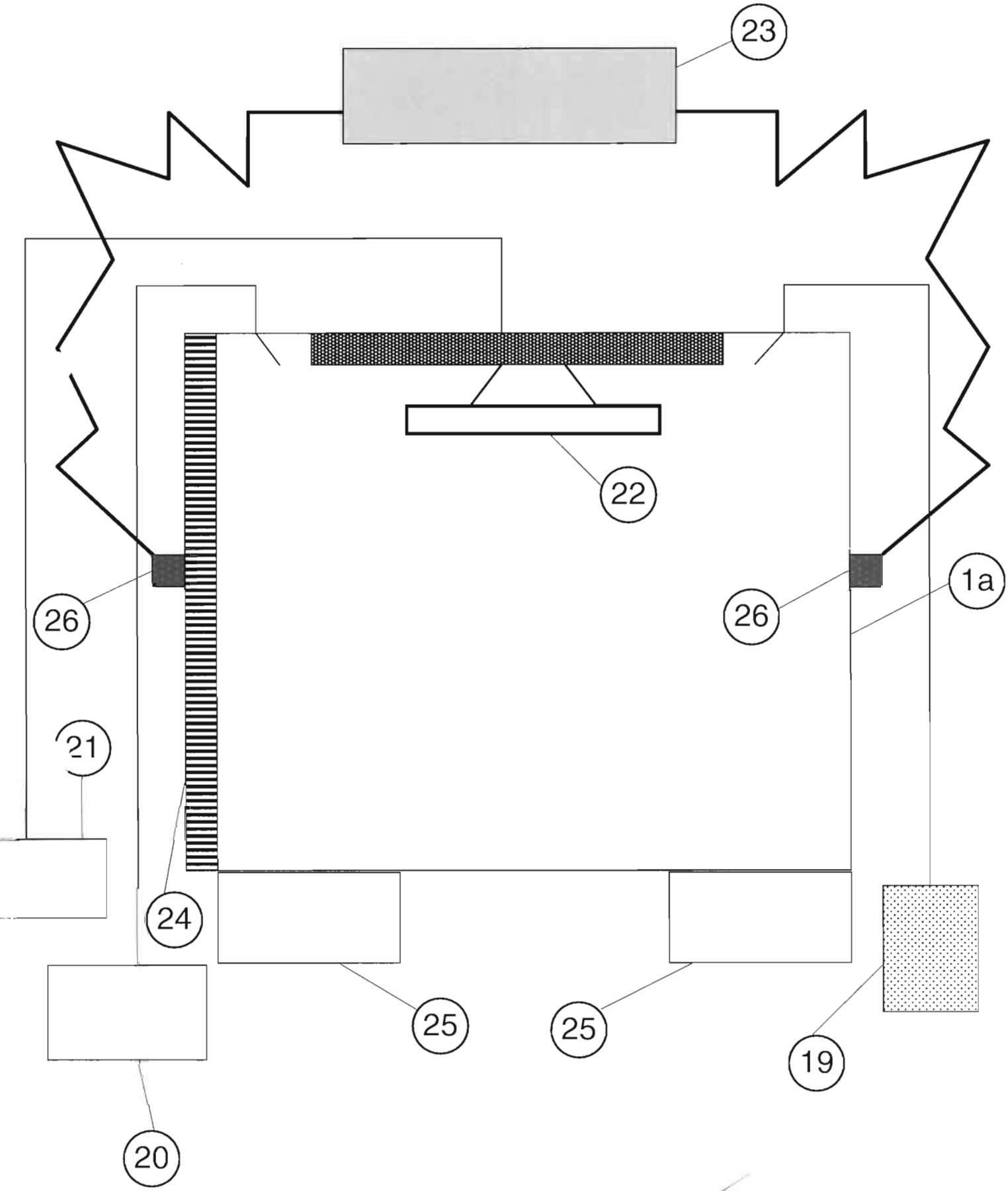
Figura 2