



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: **a 2018 00740**

(22) Data de depozit: **28/09/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/03/2020 BOPI nr. **3/2020**

(71) Solicitant:

- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU FIZICA MATERIALELOR-INCDFM BUCUREȘTI, STR.ATOMIȘTILOR NR.405A, MĂGURELE, IF, RO;
- UNIVERSITATEA DIN BUCUREȘTI, BD.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.36-46, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

- BĂDICĂ PETRE, BD. DINICU GOLESCU NR. 37, SC. B, ET. 3, AP. 48, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;

- BATALU DAN, ALEEA POLITEHNICII NR.4, BL.4, SC.B, ET.4, AP.30, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- GRIGOREȘCUTĂ MIHAI ALEXANDRU, STR.VALEA OLTULUI NR.24, BL.D31, SC.B, ET.1, AP.20, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- ALDICA GHEORGHE VIRGIL, ALEEA RÂMNICEL NR. 2, BL. M6, SC. B, AP. 66, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- SĂVULESCU IONUȚ, STR.ION ȚICĂLOIU NR.2, CÂMPULUNG, AG, RO;
- NEGRU MIRCEA, STR.OBORUL NOU NR.13, BL.P10, SC.3, ET.10, AP.262, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO

(54) OBȚINERE ȘI MATERIAL CERAMIC PENTRU CĂRĂMIZI, REPLICA A CELOR ROMANE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la trei metode de obținere a unui material ceramic pentru cărămizi, ca replică a materialelor sau cărămizilor romane, care să fie folosit, în principal, în scopuri de restaurare și conservare a obiectivelor istorice de patrimoniu din perioada romană, fără a se limita la acest scop. Metodele conform invenției constau în extragerea materialului din sol de la o adâncime de 45...130 cm, având un conținut de argilă de 35 procente în greutate, și sitarea solului cu o sită cu ochiuri de 100 µm, urmată de: metoda

1. fracția de pulbere sub 100 µm este presată într-o matriță metalică având o presiune de 200 MPa, compactul se extrage din matriță, urmând să fie sinterizat în aer timp de 15 h într-un cuptor electric, la temperaturi cuprinse în intervalul 750...900°C, cu o viteza de încălzire de 2°C/min; metoda

2. fracția de pulbere sub 100 µm este amestecată cu apă într-un malaxor, într-un raport de 1,8 g/ml, amestecul se usucă într-o etuvă/cuptor în aer timp de minimum 10 h, la o temperatură de 60...100°C, pulberea uscată este compactată într-o matriță metalică având o presiune de 200 MPa, compactul este sinterizat în aer într-un cuptor electric timp de 15 h, la temperaturi de 750...900°C, cu viteza de încălzire de 2°C/min, și metoda

3. fracția de pulbere sub 100 µm este amestecată cu apă într-un malaxor într-un raport de 1,4 g/ml, amestecul se toarnă în forme de diferite dimensiuni, și

se usucă prin absorbție la temperatura camerei, pe un substrat poros, timp de 48 h, compactul după uscare este extras din formă și este sinterizat în aer într-un cuptor electric timp de 15 h, la temperaturi cuprinse în intervalul 750...900°C, cu viteza de încălzire de 2°C/min.

Revendicări: 3

Figuri: 3

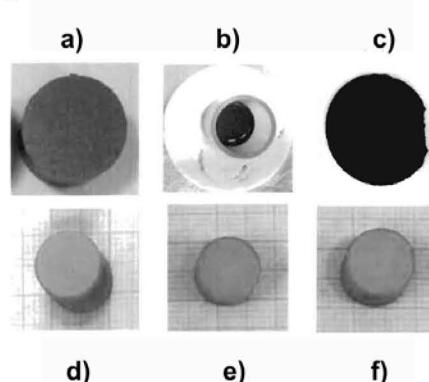


Fig. 2

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 inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



INSTITUȚIA DE STĂTUIMENTRU INVENȚII ȘI UTILIZARE	Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2018 00 440	Data depozit : 28 -09- 2018

Descrierea brevetului de invenție

Obținere și material ceramic pentru cărămizi, replică a celor romane

elaborat de

P. Bădică, D. Batalu, M. A. Grigoroșcuță, G. V. Aldica, I. Săvulescu, M. Negru

1. Stadiul tehnicii

Prezenta invenție se referă la materialul ceramic pentru cărămizi și la obținerea lui, ca replică a materialelor sau cărămizilor Romane, pentru a fi folosit, în principal, în scopuri de restaurare și conservare a obiectivelor istorice/de patrimoniu din perioada romană, fără însă a se limita la acest scop.

Materialul este sub formă de corp solid ceramic și reproduce materialul din cărămizile arse romane. Ca model de material s-a folosit o cărămidă arsă romană tipică, excavată din situl arheologic de la Romula (satul Reșca, comuna Dobrosloveni, județul Olt) și care provine dintr-un lot mai larg cu proprietăți similare. Cărămida selectată este de tip sesquipedalian (45 cm x 30 cm x 9 cm) [Vitruvius, book II, De architectura Libri X, chapter 3: On bricks]. Cărămizile romane arse au diferite forme și dimensiuni și sunt folosite în construcția infrastructurii orașului Romula, de exemplu pentru clădiri publice și private, civile și militare, ziduri ale fortificatiilor, pavaje, băi (thermae), camere cu instalații de încălzire (hypocaustum), sisteme de canalizare etc.

Restaurarea și conservarea obiectivelor romane de patrimoniu de pe teritoriul României, dar nu numai (situri arheologice, monumente etc.), cât și construcția unor clădiri replică sau inspirate de cele antice ce au scop de educație, turism cultural etc., necesită utilizarea unor materiale de construcții asemănătoare celor folosite în antichitate. Cărămizile arse antice sunt unul din elementele importante ce stau la baza construcțiilor romane, în prezent obiective de patrimoniu.

O serie de articole științifice au prezentat proprietățile cărămizilor romane [Quatern. Int. 357 (2015) 189; Mater. Struct. 47(7) (2015) 2251-2260; Rom. J. Mater. 40(3) (2010) 228-236; J. Fac. Eng. Archit. Gaž. 32(1) (2017) 205-214; Rom. J. Mater. 37(3) (2007) 219-227] și au urmărit aspectele de material, cât și cele tehnologice de obținere a acestuia sub formă de cărămizi. Materiile prime propuse ca sursă pentru obținerea materialului cărămizii replică depind de zona geografică de prelevare și de identificarea solului cu calitățile necesare. Specificul solului va determina calitatea materialului și condițiile de procesare pentru obținerea cât mai fidelă a materialului cărămizii, replică a celor romane. În România, cărămizile folosite în procesele de restaurare, reconstrucție, conservare etc., a obiectivelor de patrimoniu, adesea au fost realizate fără o bază științifică și din acest motiv nu au corespuns calității impuse de cărămizile arse romane. De exemplu, restaurări în care s-au folosit cărămizi realizate "meșteșugărește" și care nu au atins normele unor restaurări de succes sunt:

Ionuț Enculescu
Director General INCDFM



Mircea Dumitru
Rector Universitatea București

- restaurarea Basilicii episcopale de la Histria
- restaurarea Fântânii secrete de la Sucidava

În aceste două cazuri cărămizile utilizate pentru restaurare prezintă fisuri, exfolieri, etc. sub acțiunea factorilor climatici. Pe de altă parte, cărămizile romane arse produse acum 1500-1900 de ani au o durabilitate excelentă comparativ cu cele produse în urmă cu câteva decenii și folosite în restaurările menționate. Acëst fapt impune necesitatea de a replica materialul ceramic nu empiric, ci controlat și științific, astfel încât caracteristicile materialului să fie similare celor originale.

2. Problema tehnică rezolvată de invenție

Pentru restaurări și conservări ale obiectivelor de patrimoniu romane, în special de pe teritoriul României, sunt necesare:

- identificarea solului ce conduce la obținerea materialului ceramic (ars) pentru realizarea cărămizilor similare celor romane;
- stabilirea unei tehnologii care imită sau este asemănătoare presupusei tehnologii din perioada romană și care duce la obținerea unui material pentru cărămizi asemănător celui roman;
- proprietățile materialului obținut să fie asemănătoare cu cele ale cărămizii romane arse antice reprezentative.

Prezentul brevet identifică solul din regiunea comunei Dobrosloveni ca materie primă, obține materialul cu proprietăți mecanice și de culoare similare cărămizii antice arse excavate la Romula și propune trei variante tehnologice de obținere a materialului replică a celui antic.

Materialul și tehnologia de obținere revendicate în acest brevet și care sunt asemănătoare cărămizii arse romane se pot folosi și la rezolvarea altor probleme tehnice cum ar fi: realizarea unor construcții noi (pentru agrement, turism cultural, educație), care folosesc cărămizi unde cel puțin aspectul constructiv-estetic trebuie să-l imite pe cel al construcțiilor romane.

3. Avantajele invenției în raport cu stadiul tehnicii

Avantajele invenției în raport cu stadiul tehnicii decurg din:

- utilizarea solului local cu proprietăți specifice ca materie primă, care conferă fidelitate compozițională replicii;
- obținerea unui material ceramic (ars) pentru cărămizi, replică a materialului din cărămizile antice arse produse și excavate la Romula;
- tehnologia de obținere este adaptată la solul identificat ca materie primă, iar materialul obținut pentru cărămizi este o replică a celui din cărămidă arsă antică;
- cărămidă antică utilizată ca referință cât și solul identificat ca materie primă provin din aceeași zonă geografică (comuna Dobrosloveni).

Ionuț Enculescu
Director General INCDFM

MS



Mircea Dumitru
rector Universitatea București

MD

4. Prezentarea pe scurt a figurilor

Pentru ilustrarea invenției se dă Figurile 1-3 în care:

- Fig. 1 reprezintă spectrele de difracție de raze X pe probele: S – solul prelevat din teren și identificat ca materie primă pentru toate probele sinterizate (arse), P – probele obținute prin variantele tehnologice (vezi textul, secțiunea 5): V1 - P/800, P/850, P/900 sinterizate la 800, 850 și 900°C; V2 - P/800H₂O, P/850H₂O, P/900H₂O sinterizate la 800, 850 și 900°C; V3 - P/800H₂Oua, P/850H₂Oua, P/900H₂Oua sinterizate la 800, 850 și 900°C. Fazele minerale observate sunt: cuartz – SiO₂ (Q), chlorite – (MgFe)₃(SiAl)₄O₁₀(OH)₂·(MgFe)₃(OH)₆ (Ch), mica tip-muscovite – (KAl₂(AlSi₃O₁₀)(OH)₂ (M), feldspat K – KAISi₃O₈ (FK), plagioclase – NaAlSi₃O₈+ CaAlSi₃O₈ (P), smectita – (Na,Ca)_{0.3}(Al,Mg)₂(Si₄O₁₀)(OH)₂·nH₂O (Sm), hematita – α-Fe₂O₃ (He), illite – (K,H₃O)(Al,Mg,Fe)₂(Si,Al)₄O₁₀[(OH)₂,(H₂O)] (I), augite – (Ca,Na)(Mg,Fe,Al,Ti)(Si,Al)₂O₆ (A).

- Fig. 2 reprezintă probele fotografiate în timpul diverselor stagii de procesare conform variantelor tehnologice V1-3 (vezi textul din Secțiunea 5): (a) – sol S sitat și presat în mătrițe metalice în cadrul V1, (b) – sol S sitat, amestecat cu H₂O și pus la uscare prin absorbție pe un substrat poros în cadrul V2, (c) – sol S sitat, amestecat cu H₂O uscat prin absorbție pe un substrat poros și extras din formă și de pe substratul poros în cadrul V3, (d, e și f) – probele P800H₂O, P850H₂O și P900H₂O obținute din solul S sitat, amestecat cu H₂O și pus în forme, uscat termic la 60-100 °C și sinterizat la diferite temperaturi (d)- 800°C, (e)- 850°C, (f)- 900°C în cadrul V2.

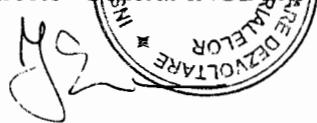
- Fig. 3 Duritatea Vickers (HV) în funcție de temperatura de sinterizare pe cărămida antică arsă (referință) B extrasă din situl arheologic de la Romula și pe probele P sinterizate obținute prin variantele tehnologice V1-V3 (vezi text, Secțiunea 5).

5. Prezentarea în detaliu a cel puțin unui mod de realizare a invenției cu referire la figuri

(i) Solul S ca materie primă

S-au prelevat probe de la diferite adâncimi în zona comunei Dobrosloveni. Pe baza analizelor din multiple puncte de vedere și din comparația cu cărămida arsă antică de referință extrasă la Romula s-a concluzionat ca solul de la adâncimi între 45 și 130 cm adâncime este adevarat obținerei materialului replică a celui din care este fabricată cărămida antică arsă de referință. Acest sol conține argilă minim 35% în greutate. Fazele mineralogice identificate prin difracție de raze X, din compoziția solului selectat ca materie primă, sunt arătate în Fig. 1 S.

Ionuț Enciuș
Director General INCDEN



Mircea Dumitru
Director Universitatea București

(ii) Obținerea materialului ceramic și variantele tehnologice

V1: Varianta tehnologică 1 (probele cu notația P/T, T=temperatura de sinterizare) constă din următorii pași:

- sitarea solului S cu o sită de 100 μm .
- fracția de pulbere sub 100 μm este plasată într-o matriță metalică și presată cu o presiune de ~200 MPa; compactul este extras din matriță prin depresare (Fig. 2a).
- compactul este sinterizat în aer într-un cuptor electric la temperaturi de 750-900°C, timp de 15 h. Viteza de încălzire este de 2 °C/min.

V2: Varianta tehnologică 2 (probele cu notația P/T/H₂O, T=temperatura de sinterizare) constă din următorii pași:

- sitarea solului S cu o sită de 100 μm .
- fracția de pulbere sub 100 μm este amestecată cu apă într-un malaxor. Raportul pulbere/apă este ~1.8 (g/ml).
 - amestecul se usucă într-o etuvă/cuptor în aer la 60-100 °C timp de minim 10 h.
 - pulberea uscată este compactată într-o matriță metalică cu o presiune de ~200 MPa; compactul este extras din matriță prin depresare.
 - compactul este sinterizat în aer într-un cuptor electric la temperaturi de 750-900°C, timp de 15 h. Viteza de încălzire este de 2 °C/min. Probele obținute la diferite temperaturi T de sinterizare sunt prezentate în Fig. 2 (d), (e) și (f).

V3: Varianta tehnologică 3 (probele cu notația P/T/H₂Oua, T=temperatura de sinterizare) constă din următorii pași:

- sitarea solului S cu o sită de 100 μm .
- fracția de pulbere sub 100 μm este amestecată cu apă într-un malaxor. Raportul pulbere/apă este ~1.4 (g/ml).
 - amestecul se toarnă (formarea) într-o formă (cu diferite dimensiuni, forme, diferențe materiale) și se usucă prin absorbție la temperatura camerei pe un substrat poros (Fig. 2b) (sau o formă poroasă) timp de minim 48 h.
 - compactul după uscare (Fig. 2c) este extras din formă și este sinterizat în aer într-un cuptor electric la temperaturi de 750-900°C, timp de 15 h. Viteza de încălzire este de 2 °C/min.

Ionuț Enculeșteanu
Director General INCDFM



Mircea Dumitru
Rector Universitatea București

(iii) Caracteristicile funcționale ale materialului comparativ cu cele ale cărămizii antice arse de referință.

Compoziția de faze din spectrele de difracție de raze X pentru probele sinterizate (P) și cărămidă antică de referință (B) este asemănătoare (Fig. 1). Cu creșterea temperaturii de sinterizare T cantitatea de hematită (He) crește și aceasta produce modificarea culorii spre un roșu mai intens. Analizele de imagine și spectroradiometrice (spectroradiometrul CS 2000), folosind iluminarea D65 (lumina diurnă solară), au indicat probele sinterizate la 800°C ca având culoarea 10 YR 4/4 sau 7.5 YR 4/6 (în notația Munsell care indică nuanța de culoare, culoarea, unde YR = yellow-red, și luminozitate/saturație) cea mai apropiată de cea a cărămizii arse antice de referință (7.5 YR 5/4 sau 10 YR 5/4 funcție de punctul măsurat pe cărămidă). Odată cu creșterea temperaturii de sinterizare, probele au duritate Vickers HV (măsurate pe probe șlefuite, aplicând o forță de 500 gf, fiecare punct este media obținută pentru minim 8 indentări, Fig. 3) ce cresc. Probele sinterizate P la temperaturi mai mari de 800 °C au valori similare sau superioare ($\geq \sim 200$ MPa) celei obținute pentru cărămidă arsă de referință (proba B, Fig. 3).

Compoziția de faze, culoarea și proprietățile mecanice indică o bună asemănare între materialul ceramic obținut și cel al cărămizii arse antice de referință de la Romula. Acest rezultat face posibilă presupunerea și a unei bune durabilități a noului material prin analogie cu cel al cărămizii antice de la Romula, care a demonstrat o excelentă rezistență în timp.

6. Modul în care invenția este susceptibilă a fi aplicată industrial

Materialele ceramice pentru cărămizi obținute din materia primă și conform procedurilor prezentate pot fi folosite ca material de construcții individual sau în combinații compozite cu alte materiale. Materialul se poate obține în diferite forme și dimensiuni cu nuanțe de culori dorite pentru diferite aplicații de construcții, ce fac sau nu parte din obiectivele de patrimoniu, dar care necesită replicarea aspectelor constructive și estetice ale construcțiilor romane realizate pe bază de cărămizi.

Ionuț Enculeșcu
Director General INCDFM



Mircea Dumitru
Rector Universitatea București

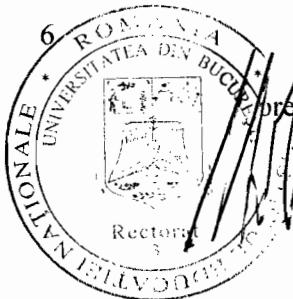


Revendicările invenției

1. Tipul de sol folosit ca materie primă (minim 35 % greutate de argilă) la realizarea materialului pentru cărămizi, replică a celui din cărămizile antice și cu amestecul de faze din Fig. 1 S.
2. Material cu duritatea (> 200 MPa) și culoarea asemănătoare celui din cărămizile antice folosind ca referință o cărămidă antică arsă (de tip sesquipedalian 45 cm x 30 cm x 9 cm) extrasă din situl arheologic de la Romula (comuna Dobrosloveni, județul Olt).
3. Trei procedee tehnologice de obținere a materialului, respectiv: V1- sitarea solului (< 100 μm), presarea în matrițe metalice, sinterizarea în aer la $750\text{-}900^{\circ}\text{C}$; V2- sitarea solului, (< 100 μm), amestecarea cu apă, uscarea termică la $60\text{-}100^{\circ}\text{C}$ în aer, presarea în matrițe metalice și sinterizarea în aer la $750\text{-}900^{\circ}\text{C}$; V3- sitarea solului, (< 100 μm), amestecarea cu apă și formarea, uscarea prin absorbție pe un substrat poros în aer la temperatura camerei, sinterizarea în aer la $750\text{-}900^{\circ}\text{C}$.

București-Măgurele, 06 August 2018

Ionuț Enculescu
Director General INCDEM



Mircea Dumitru
Rector Universitatea București

Figuri explicative pentru invenție

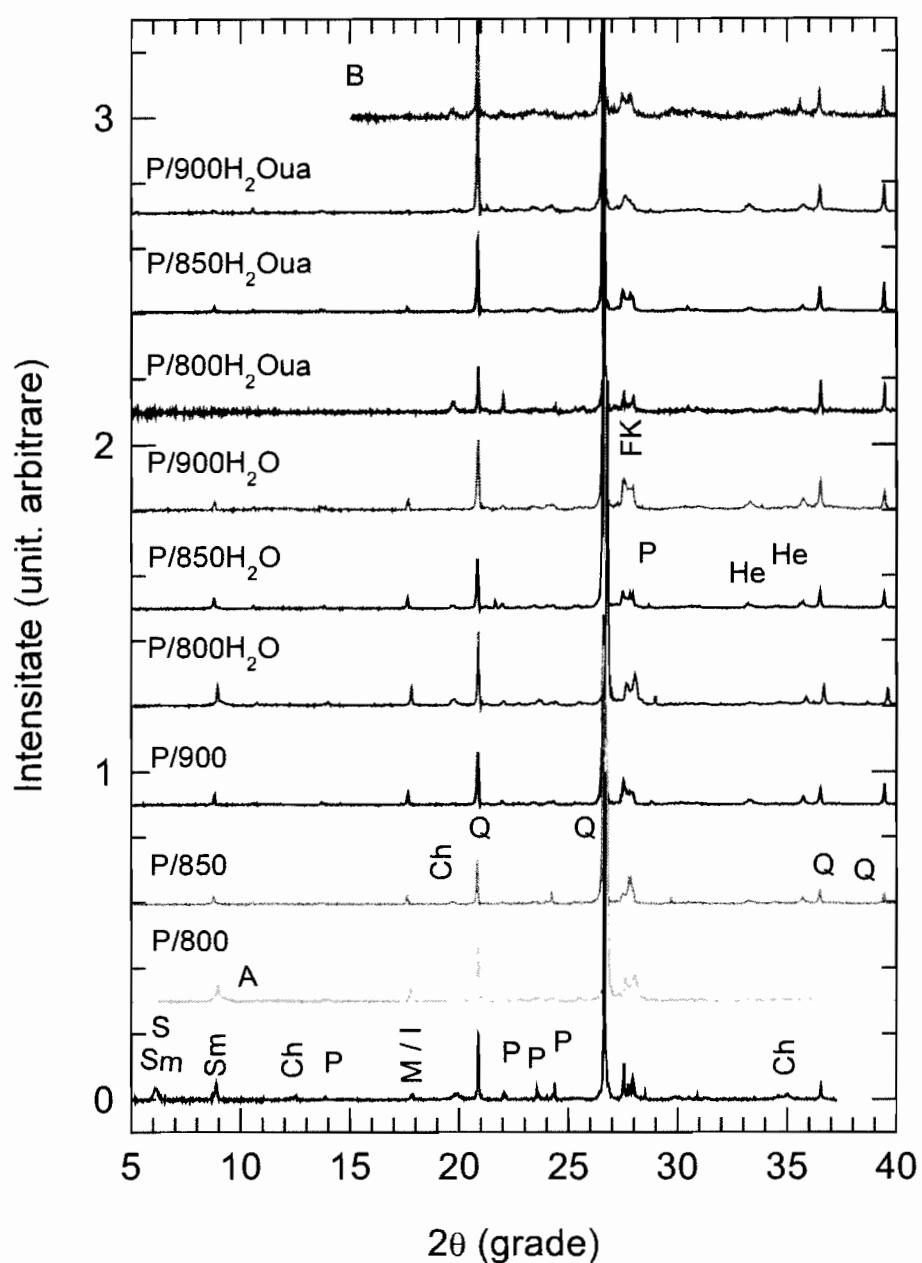


Fig. 1

Ionuț Enculescu
Director General

[Handwritten signature]



Mircea Dumitru
Sector Universitatea București

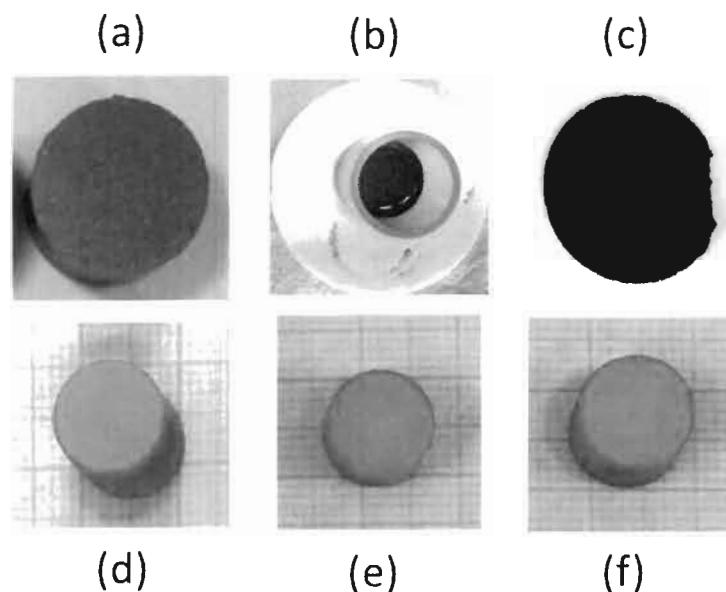
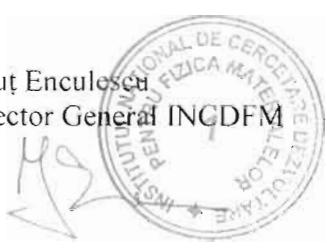


Fig. 2

Ionuț Enculescu
Director General INCDFM



Mircea Dumitru
Rector Universitatea București

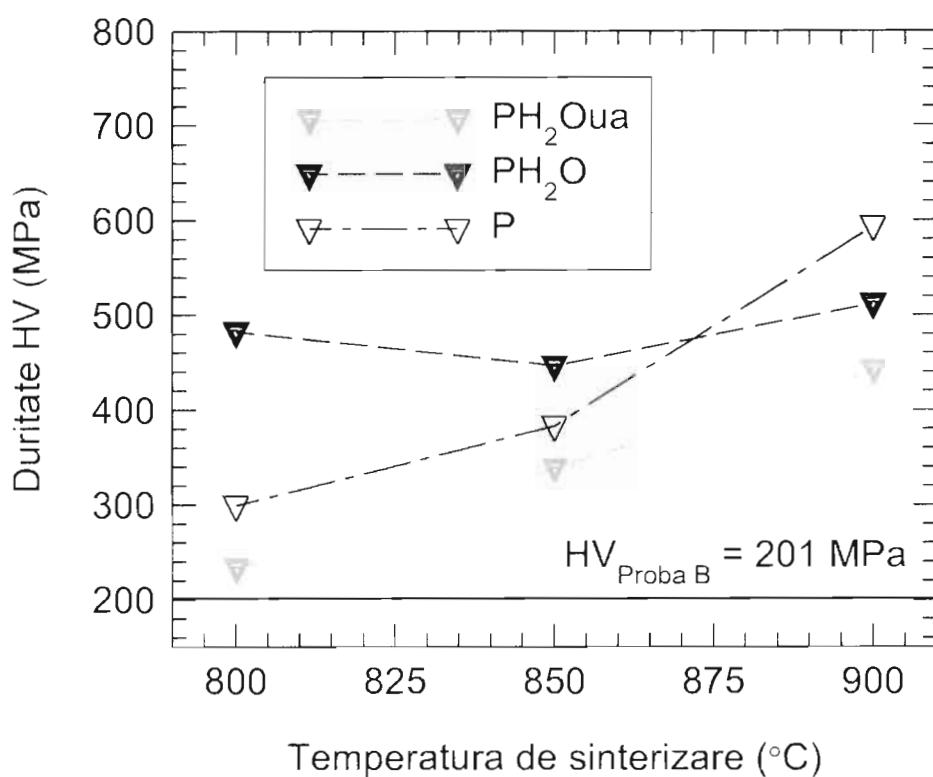


Fig. 3.

Ionuț Enculescu
Director General INCDPM



Mircea Dumitru
ector Universitatea București

