



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2019 00251**

(22) Data de depozit: **22/04/2019**

(41) Data publicării cererii:  
**28/08/2020** BOPI nr. **8/2020**

(71) Solicitant:  
• **ZEOLITES PRODUCTION S.A.**,  
*STR.REPUBLICII, NR.359, RUPEA, BV, RO*

(72) Inventatori:  
• **AȘCHILEAN IOAN**,  
*STR.BISERICII ORTODOXE NR.53 A,*  
*CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;*  
• **CHIOREANU GELU**, *STR. TÂRGULUI*  
*NR. 5, RUPEA, BV, RO;*

• **BOLOȘ DORU**, *STR.AVIATOR BĂDESCU*  
*NR.40, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;*  
• **SIMEDRU DORINA**, *CALEA BACIULUI*  
*NR. 27E, BL. Z5, Y5, AP. 47, BACIU, CJ,*  
*RO;*  
• **BĂBĂLĂU-FUSS LILIANA-VANDA**,  
*STR.MEHEDINȚI NR.65-67, SC.2, AP.76,*  
*CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;*  
• **MOLDOVAN ANA-MARIA**, *STR.IZLAZULUI*  
*NR.10, SC.1, AP.29, CLUJ-NAPOCA, CJ,*  
*RO*

(54) **METODĂ DE ACTIVARE A UNUI MATERIAL ZEOLITIC  
PENTRU UTILIZAREA CA MATERIAL DE REȚINERE  
A AMONIACULUI DIN APE STĂTĂTOARE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de activare a unui material zeolitic utilizat pentru reținerea amoniului din ape stătătoare, metoda fiind folosită pentru filtrarea și epurarea apelor. Metoda conform invenției constă în prelevarea materialului zeolitic brut din depozitul geologic, spălarea acestuia până când apa de spălare își pierde opacitatea, uscarea materialului zeolitic spălat la temperaturi reduse, cuprinse în intervalul 50...100°C timp de 24...48 h, urmată de o măcinare până la o granulație de 0,5...3,5 mm și de o tratare termică a

materialului zeolitic măcinat la temperaturi cuprinse în intervalul 120...320°C pe o durată de 6...48 h, materialul zeolitic activat fiind împachetat apoi în săculeți din triplu voal, care se introduc în apa contaminată la concentrații de 0,5...3,2 mg amoniu în apă, pentru o durată de 5...10 zile, în raport de 15...20 g material zeolitic activat/1 l apă contaminată, având un randament de reținere cuprins în intervalul 81...99%.

Revendicări: 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 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).



## DESCRIEREA INVENȚIEI

Prezenta invenția se referă la o **metoda de activare a unui material zeolitic pentru utilizarea ca material de retenție a amoniului din ape statatoare**. Metoda propusă se încadrează în domeniul *filtrării și epurării apelor*, oferind o soluție simplă și ieftină de activare a materialului zeolitic în vederea obținerii unui randament ridicat de retenție a amoniului din ape statatoare.

### **Prezentarea stadiului tehnicii în momentul actual la nivel internațional**

La nivel internațional există studii de specialitate complexe privind metodele de activare a materialului zeolitic în vederea obținerii unui randament de retenție/filtrare eficient al amoniului din ape (1-4). Aceste metode presupun: micronizarea materialului zeolitic la dimensiuni foarte mici, adăugarea unor substanțe suplimentare în procesul de activare a materialului zeolitic, centrifugarea materialului zeolitic împreună cu soluțiile de activare la viteze de centrifugare ridicate și tratarea termică la temperaturi ridicate. Aceste procese de pregătire a materialului zeolitic implică costuri ridicate datorate: **(i)** echipamentelor multiple utilizate (centrifuga, moara de micronizare performantă, cuptor de activare pentru temperaturi înalte), **(ii)** soluțiilor suplimentare adăugate pentru activarea materialului zeolitic și **(iii)** a timpului și personalului necesar pentru realizarea tuturor pașilor/etapelor de activare. Datorită acestor costuri utilizarea metodelor de activare propuse în aceste studii nu sunt disponibile firmelor mici cu bugete limitate. Se impune dezvoltarea/realizarea unor metode de activare ieftine și rapide, accesibile tuturor IMM-urilor care acționează în acest domeniu.

### **Prezentarea stadiului tehnicii în momentul actual la nivel național**

Pe baza informațiilor deținute, în momentul actual nu există referințe bibliografice care să descrie studii experimentale efectuate la nivel național pentru elaborarea/realizarea unor metode de activare a materialelor zeolitice pentru utilizarea lor ca materiale de retenție a amoniului din ape statatoare.

### **Scopul invenției**

Prezenta invenție are ca scop realizarea unei metode de activare a unui material zeolitic pentru utilizarea ca material de retenție a amoniului din ape statatoare.

### **Probleme tehnice pe care prezenta invenție dorește să le rezolve –**

Metoda de activare a unui material zeolitic pentru utilizarea ca material filtrant în retenția amoniului din ape statatoare are efect tehnic și rezolvă următoarele probleme:

- *randamentul de retenție a amoniului*: utilizarea materialului filtrant obținut cu această metodă asigură un randament de retenție a amoniului prezent în ape statatoare cuprins în domeniul 81...99 % pentru ape contaminate cu valori 0,5- 3,2 g/l amoniu în apă;
- *durata de activare*: durata de activare a materialului prin metoda propusă scade foarte mult față de cele raportate în literatura analizată (1-4);
- *costurile de activare*: metoda propusă permite obținerea unui material activat cu costuri scăzute comparativ cu metodele existente care utilizează alte materiale specifice și/sau tehnici de retenție/filtrare.

### **Descrierea invenției**

Metoda de activare a unui material zeolitic pentru utilizarea ca material de retenție a amoniului din ape statatoare se compune din următoarele etape:

1. prelevarea materialului zeolitic din depozitul geologic;
2. prelucrarea primara a materialului zeolitic brut: spalarea pana cand apa de spalare isi pierde opacitatea, urmata de uscarea materialului zeolitic spalat, la temperaturi reduse 50...100 °C, timp de 24 ...48 h;
3. macinarea materialului brut spalat si uscat, in vederea obtinerii unei granulatii de 0,5...3,5 mm,
4. tratarea termica a materialului zeolitic obtinut la pct. 3, la temperaturi in domeniul 120...320 °C pentru o durata de 6...48 h
5. dupa finalizarea perioadei de tratare termica, proba este lasata la racit in exicator;
6. dupa activare si racire, materialul activat se impacheteaza in saci de hartie si se depoziteaza in magazia unitatii in loc ferit de umiditate, la temperaturi ambientale cuprinse intre 0...40 °C.

Tratarea apei statatoare contaminate cu amoniu cu materialul zeolitic activat se face prin parcurgerea urmatoarelor etape:

1. determinarea calitatii apei referitor la indicatorul amoniu in ape, cf. Ordinului nr. 161/16.02.2006
2. determinarea cantitatii de zeolit necesara: se calculeaza pentru 1 l de apa contaminata o cantitate de material zeolitic activat de 5...50 g;
3. cantarirea cantitatii de material zeolitic activat necesara tratarii;
4. introducerea materialului zeolitic in saculeti din triplu voal;
5. introducerea in apa contaminata a saculetilor continand materialul zeolitic activat, bine ancorati,
6. inlaturarea saculetilor continand materialul zeolitic din apa dupa un interval de 5...10 zile
7. determinarea calitatii apei referitor la indicatorul amoniu in ape, cf. Ordinului nr. 161/16.02.2006.

#### **Avantaje aduse de prezenta inventie**

- Permite utilizarea materialului zeolitic ca material de retinere/filtrant. Materialul zeolitic este un material natural ieftin si care se gaseste in abundenta in Romania;
- Permite utilizarea unei cantitatii mici de material zeolitic;
- Permite activarea usoara si ieftina a materialului zeolitic;
- Permite obtinerea unui randament de filtrare a amoniului din ape statatoare ridicat intr-un interval de timp scurt de contact a materialului zeolitic activat cu apa contaminata.

#### **Exemplu de aplicare – Etapele de realizare**

- Se preleveaza din depozitul geologic si se face prelucrarea primara a materialului zeolitic brut. Materialul brut este micronizat la dimensiuni de 0,5...3,5 mm apoi este spalat din abundenta pana cand apa de spalare isi

modifica opacitatea, devenind complet incolora. Materialul spalat este uscat apoi la temperaturi reduse de 50...100 °C, timp de 24 ...48 h.

- se preleveaza probe de apa pentru stabilirea concentratiei initiale de amoniu a apei care urmeaza a fi tratata; in functie de volumul de apa care urmeaza sa fie tratat, se estimeaza cantitatea de zeolit care urmeaza a fi activata, intre 5...50 mg/l.
- se cantareste materialul zeolitic si se introduce intr-un cuptor la o temperatura de 120...320°C unde este mentinut timp de 6...48h. Dupa finalizarea perioadei de tratare termica, proba este lasata la racit in exicator
- materialul zeolitic activat care urmeaza a fi introdus in apa contaminata se cantareste si se introduce in saculeti de triplu voal. Acesti saculeti vor fi introdusi in apa contaminata pentru retinerea amoniului, pentru o perioada de 1...10 zile.
- dupa finalizarea perioadei de tratare se scoate saculetul cu material zeolitic activat si se analizeaza din nou concentratia de amoniu din apa pentru verificarea daca aceasta se incadreaza in normele de calitate referitor la indicatorul amoniu in apa (Ordinului nr. 161/16.02.2006).

#### Randament de retinere a amoniului

Nr. Crt.	Concentratia initiala (mg/l NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )	Durata de actiune (zile)	Concentratia finala (mg/l NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )	Randament de retinere (%)
1.	0,5	5	0,095	81
2.	0,5	6	0,064	87
3.	0,5	7	0,008	98
4.	0,5	8	0,008	98
5.	0,5	9	0,007	99
6.	0,5	10	0,007	99
7.	3,2	5	0,510	84
8.	3,2	6	0,480	85
9.	3,2	7	0,240	93
10.	3,2	8	0,240	93
11.	3,2	9	0,230	93
12.	3,2	10	0,210	93

Randament de extractie =  $(\text{Concentratie}_{\text{initiala}} - \text{Concentratie}_{\text{finala}}) * 100 / \text{Concentratie}_{\text{initiala}}$

#### Bibliografie

1. M. Sprynskyy; M. Lebedynets, A. Terzyk, P. Kowalczyk, J. Namiesnik, B. Buszewski, J. Colloid Interface Sci. 284 (2005) 408–415;
2. A. Alshameri, C. Yan, Y. Al-Ani, A. S. Dawood, A. Ibrahim, C. Zhou, H. Wanga, J. Taiwan Inst. Chem. Eng., 45 (2014) 554–564;
3. A. Alshameri, A. Ibrahimd, A.M. Assabri, X. Lei, H. Wang, C. Yan, Powder Tech. 258 (2014) 20–31;
4. J. Huang, N. R. Kankanamge, C. Chow, D. T. Welsh, T. Li, P. R. Teasdale, J. Environ. Sci.63 (2018) 174-197;



### REVENDICARI

1. Metoda de activare a unui material zeolitic pentru utilizarea ca material de retinere a amoniului din ape statatoare **caracterizata prin aceea ca** dupa prelevarea materialului zeolitic brut din depozitul geologic se face prelucrarea primara constand din spalarea pana cand apa de spalare isi pierde opacitatea, uscarea materialului zeolitic spalat la temperaturi reduse de 50...100 °C, timp de 24...48 h, urmata de o macinare in vederea obtinerii unei granulatii a materialului zeolitic prelucrat primar de 0,5.....3,5 mm si o tratare termica a materialului zeolitic macinat la temperaturi de 120...320 °C pe o durata de 6 – 48 h.
2. Material zeolitic activat pentru retinerea amoniului din ape statatoare **caracterizat prin aceea ca** dupa activarea termica prin metoda revendicata la pct. 1, impachetat in saculeti din triplu voal care se introduc in apa contaminata la concentratii 0,5...3.2 mg amoniu in apa, pentru o durata de 5...10 zile in raport de 15-20 g material zeolitic activat/1 l apa contaminata are un randament de retinere cuprins intre 81-99 %.

---

Administrator,  
Doru Boles

