



(12)

BREVET DE INVENȚIE

- (21) Nr. cerere: **a 2020 00693**
- (22) Data de depozit: **03/11/2020**
- (45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/05/2024** BOPI nr. **5/2024**

(41) Data publicării cererii:
30/03/2021 BOPI nr. **3/2021**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
TEHNOLOGII CRIOGENICE ȘI
IZOTOPICE-ICSI-, STR. UZINEI NR.4,
COD 240050, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO**

(72) Inventatori:
• **ȘOFÎLCĂ NICOLAE-CONSTANTIN,
STR.PRIVIGHETORII, NR.4, BL.11, SC.B,
AP.9, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;**

• **VĂSUȚ FELICIA, STR.I.C.BRĂȚIANU,
NR.3, BL.S1, SC.A, AP.17,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;**
• **JIANU CĂTĂLIN--CONSTANTIN,
STR.CALEA LUI TRAIAN, NR.144,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 3885026; US 5407339; US 3175521

(54) **PROCEDEU ȘI DISPO-ZITIV DE MATRIȚARE/FORMARE
A CATALIZATO-RILOR HIDROFOBI DIN CĂRBUNE
IMPREGNAT CU PLATINĂ ȘI TEFLON**



RO 134820 B1

1 Invenția se referă la un procedeu și un dispozitiv de matrițare/formare a catalizatorilor
hidrofobi din cărbune impregnat cu platină și teflon, care să permită o productivitate mare.

3 Catalizatorii hidrofobi de tip cărbune impregnat cu platină și pulberi de teflon sunt
utilizați în instalațiile de schimb izotopic catalizat din cadrul instalațiilor de detritiere a apei
5 grele, care, prin proprietățile lor fizice și chimice, permit contactul intim între faza lichidă
reprezentată de apa grea tritiată și faza gazoasă reprezentând hidrogenul, astfel încât prin
7 caracterul hidrofob, apa grea tritiată să fie respinsă de catalizatori în timp ce faza gazoasă
să intre în contact cu elementul activ al catalizatorului, respectiv platina, iar prin contactul
9 controlat între faze să se facă schimbul tritiului și speciilor tritiate din apă în gaz, rezultând
o apă grea curată care poate fi reutilizată în instalațiile nucleare, respectiv un gaz tritiat care
11 va fi purificat și prelucrat ulterior prin distilare criogenică, urmând să fie stocat și valorificat.

Literatura de specialitate prezintă diverse metode de preparare și metode de formare
13 sau matrițare a pulberilor, majoritatea fiind metode uscate sau sub formă de pastă, iar
matrițarea se face continuu prin comprimare continuă sau prin extrudare. Principalele
15 aspecte care trebuie avute în vedere în cadrul fabricării catalizatorilor hidrofobi de tip
cărbune platinizat-teflon sunt:

17 - Raportul dimensional al acestora care este defavorabil în sensul că diametrul acestora
este de 3,4 mm, iar lungimea este de 12-15 mm. Acest raport face dificilă introducerea
19 pulberii în matrițe din cauza aglomerării, efectelor electrostatice și adeziunii teflonului la
suprafețele de lucru;

21 - Abraziunea pulberii care îngreunează alimentarea matriței și extragerea comprimatului;

23 - tendința de aglomerare a teflonului la temperaturi de peste 19°C;
- timpii de încărcare a matrițelor prin metoda gravitațională sunt foarte mari, rezultând
25 o productivitate redusă. S-a constatat că utilizând metode de încărcare cu ajutorul vibrațiilor
produce catalizatori neomogeni datorită separării mecanice a teflonului de cărbune în timpul
27 vibrării, cauzată de diferențele de greutate specifică a celor două materiale;

- extrudarea semi-umedă sau a pastelor preparate din pulbere cu diverși lianți aduce
29 probleme suplimentare cum ar fi: impurificarea catalizatorului cu elemente chimice nedorite
și greu de eliminat ulterior, pericolul aprinderii liantului în faza finală de producere care presupune
31 sinterizarea la temperatura de 370°C, separarea selectivă a liantului față de pulberea
solidă în extruder care conduce la colmatarea acestuia și blocarea rapidă cu material
33 compactat;

- diferențele mari între proprietățile cărbunelui platinizat și pulberea de teflon fac ca
35 amestecul să fie foarte greu de manipulat în fazele de comprimare, conduc la fisurarea
comprimatelor în timpul manipulării.

37 Literatura de specialitate prezintă, de asemenea, o diversitate de metode și soluții
pentru prepararea și manipularea mixturilor pulverulente aplicabile în tehnologia pulberilor,
39 industria farmaceutică, materiale compozite etc.

Este cunoscut din brevetul **RO1078742** un procedeu de preparare a catalizatorilor
41 de platină hidrofobi care are dezavantajul că are o productivitate scăzută prin faptul că are
un singur post de lucru iar încărcarea gravitațională este dificilă pentru diametre mai mici de
43 5 mm din cauza aglomerării și electrizării pulberii care aderă la suprafețele de lucru.

De asemenea, este cunoscută din cererea de brevet **US 5407339** o mașină pentru
45 matrițarea tabletelor farmaceutice cu un număr de 4 posturi de lucru, mașina este rotativă
și este antrenată de un motor și un mecanism intermitent care poziționează și blochează
47 fiecare post al matriței în poziție aliniată față de sistemele de alimentare care sunt fixe,
pulberea este preparată în stare semi-umedă și este introdusă în matrițe prin intermediul unui
49 furtun flexibil conectat la un dozator pneumatic.

RO 134820 B1

Din cererea de brevet, **US 3175521 (A)** este cunoscut un aparat pentru producerea prin ștanțare a unor comprimate utilizând compresia din două direcții, lungimea și cursa poansoanelor de ștanțare este bine determinată în raport cu diametrul și înălțimea tabletelor obținute. 1
3

Este cunoscut din brevetul **US 3885026**, un procedeu prin care se pot crea tablete poroase din pulberi fine, iar dezavantajul friabilității acestora după extragerea din matriță este eliminat prin adăugarea unor adjuvanți solizi, inerti față de substanța activă și care, ulterior, se îndepărtează prin sublimare în vid, iar prepararea adjuvantului se face pe baza unei soluții de polietilenglicol dizolvat în alcool, la care se adaugă substanțele active și o cantitate precizată de uretan, după comprimare, tabletele obținute sunt supuse unui proces de sublimare a adjuvantului la 110°C, rezultând tablete cu o structură poroasă. 5
7
9
11

În brevetul **US 3739048 A** este prezentată o metodă de comprimare a pulberilor utilizând un material auxiliar, numit agent de spumare, material care este îndepărtat prin vaporizare ulterioară. Prin această tehnică se elimină dezavantajul pe care îl prezintă pulberile fine în timpul manipulării și procesului de matrițare. De asemenea se arată că comprimarea pulberilor fine produce piese cu variații mari ale distribuției și densității materialelor constituate, iar prin utilizarea agentului se formează granule mai mari care se matrițează mult mai ușor. 13
15
17

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unei compoziții pentru catalizatorii hidrofobi din cărbune impregnat cu platină și pulberi de teflon prin eliminarea sau limitarea efectului electrostatic specific teflonului, iar încărcarea prin impuls să permită umplerea simultană a cilindrilor matriței, comprimarea catalizatorilor și evacuarea acestora rapid. 19
21
23

Procedeu și un dispozitiv de matrițare/formare a catalizatorilor hidrofobi cărbune impregnat cu platină și teflon, conform invenției, înlătură dezavantajele de mai sus și rezolvă problemele privind manipularea și matrițarea catalizatorilor care au un diametru mic în raport cu lungimea lor, prin utilizarea unei metode noi de alimentare/încărcare a matrițelor. În plus, dispozitivul este prevăzut cu trei posturi de încărcare și matrițare simultană și poate fi scalat la un număr mai mare de posturi și automatizat, astfel încât să poată fi utilizat la producerea unor cantități mari de catalizatori. 25
27
29

Procedeu de matrițare/formare a catalizatorilor hidrofobi din cărbune impregnat cu platină și teflon, utilizează un amestec uscat de pulbere de cărbune impregnat cu platină și teflon care este umectat cu o soluție formată din 5...15% raport volumic surfactant ne-ionic sub formă de detergent lichid, solubil în apă cu rolul de a modifica comportamentul hidrofob al pulberii, 5...15% raport volumic de alcool etilic și apă, amestecul prezentându-se sub forma unei paste vâscoase cu bule fine de surfactant care se lasă 24 h la o temperatură < 19°C într-o nișă ventilată pentru evaporarea alcoolului. 31
33
35
37

Prepararea materialului pentru matrițare se face prin amestecarea pulberii cu soluție de umectare. Amestecul se omogenizează ușor până se obține o pastă vâscoasă care conține bule fine de surfactant în masa sa și formează o spumă la suprafață. Înainte de a fi utilizată la obținerea granulelor de catalizator, pasta se lasă 24 h la o temperatură mai mică de 19 grade, într-o nișă ventilată pentru a permite evaporarea alcoolului și a apei și pentru a permite o umectare uniformă în întreaga masă de pulbere. 39
41
43

Procedeu de formare a catalizatorilor hidrofobi din cărbune impregnat cu platină și teflon, conform invenției, rezolvă o parte din problemele existente în cazul matrițării unor pulberi fine, cu un raport lungime-diametru foarte mare, pulberi care conțin elemente susceptibile de a se electriza și de a îngreuna procesul de curgere în matrițe. După prepararea amestecului, acesta poate fi umezit cu ușurință, fenomenele electrostatice și de 45
47

RO 134820 B1

1 separare sunt eliminate, forțele de frecare ale pulberii la contactul cu suprafețele metalice
sunt reduse. Încărcarea matrițelor se face rapid, iar înălțimea stratului de pulbere inițial în
3 matrițe este uniform, fiind egal cu lungimea cilindrilor.

Avantajele procedurii și dispozitivului de matrițare/formare a catalizatorilor hidrofobi
5 cărbune impregnat cu platină și teflonconform invenției sunt legate de posibilitatea de a
elimina sau limita efectul electrostatic specific teflonului, prin utilizarea unei soluții compuse
7 dintr-un surfactant inert față de materialele care compun catalizatorul, alcool etilic și apă
demineralizată. De asemenea, metoda de încărcare prin impuls este rapidă și permite
9 umplerea simultană a cilindrilor matriței, comprimarea catalizatorilor și evacuarea acestora
rapid. Un alt avantaj îl reprezintă posibilitatea de reprocesare a pulberii rămase de la opera-
11 țuni anterioare, pulbere care are tendința de aglomerare și fibrozare sub forma unor granule
mari, sub solicitări mecanice repetate. De asemenea, o parte din pulbere se tasează la
13 partea frontală a cilindrilor, când aceștia sunt introduși în stratul de pulbere.

În ceea ce urmează se prezintă un exemplu de realizare.

15 **Exemplu**

Amestecul uscat format din pulberea de cărbune impregnat cu platină și teflon este
17 umectat cu o soluție formată dintr-un surfactant ne-ionic sub formă de detergent lichid, solubil
în apă cu rolul de a modifica comportamentul hidrofob al pulberii, un alcool și apă
19 demineralizată. Soluția de umectare are în compoziție 5-15% (raport volumic) surfactant, 5-
15% (raport volumic) alcool etilic și apă. Surfactantul se utilizează pentru a modifica temporar
21 caracterul hidrofob al pulberii pentru ca aceasta să poată fi amestecată cu apă. Surfactantul
este îndepărtat la etapa de sinterizarea la temperaturi înalte a catalizatorului (această etapă
23 nu face obiectul prezentei invenției). Alcoolul etilic este utilizat pentru a permite dizolvarea
surfactantului în apă deoarece acesta are tendința de a forma un gel vâscos în contact cu
25 apa. Alcoolul etilic și apa se elimină din amestecul final prin evaporare.

Prepararea soluției de umectare este făcută în următorii pași:

- 27 - peste o cantitate precisă de apă demineralizată se toarnă cantitatea de surfactant;
- se amestecă câteva minute soluția până apar formațiuni gelificate;
- 29 - se adaugă alcoolul etilic pur și se amestecă până când tot gelul este dizolvat, iar
soluția este transparentă și fluidă.

31 În fig. 1 este prezentat desenul conceptual al dispozitivului de matrițare.

Dispozitivul propus este compus din 3 cilindri calibrați, cu diametrul interior 3,5 mm
33 **1**, care sunt imersați cu o anumită viteză în stratul de pulbere **2**. Pulberea este omogenizată
și afânată în tava **3** cu ajutorul unui pieptene metalic **4** și are o înălțime controlată prin
35 reglarea poziției racletei **5**. Dispozitivul are în componență trei poansoane **6** care se depla-
sează în interiorul cilindrilor și comprimă pulberea încărcată în cilindri, după care continuă
37 cursa până la evacuarea catalizatorilor comprimați **7**. Având o înălțime inițială egală, dată
de lungimea cilindrilor, lungimea finală a celor trei comprimate este egală, rezultând seturi
39 de catalizatori uniformi din punct de vedere dimensional și morfologic.

Funcționarea dispozitivului, conform invenției este secvențială după cum urmează:

- 41 a) Pulberea, preparată conform metodei descrise în prezenta invenție, este introdusă
în tavă;
- 43 b) Se face afânarea și nivelarea pulberii în tava cu ajutorul pieptenului metalic și al
racletei până se obține un strat uniform;
- 45 c) Se introduc simultan cei 3 cilindri calibrați în stratul de pulbere, cu mișcări scurte
și repetate, până când pulberea care intră din partea inferioară se deversează prin capătul
47 superior al cilindrilor;

RO 134820 B1

d) Se mențin cilindrii în contact cu tava, iar cu ajutorul unei lamele se curăță surplusul de pulbere de la capătul superior al cilindrilor;	1
e) Se introduc poansoanele în cilindri și se comprimă cu ajutorul unei greutateți bine stabilite;	3
f) Se ridică dispozitivul din tavă și se continuă cursa poansoanelor până la evacuarea comprimatelor pe o tavă de colectare, aceștia urmând a fi supuși unui tratament suplimentar de uscare și sinterizare, etapă în care surfactantul este vaporizat și evacuat din catalizator;	5
g) Se reia procesul conform punctelor a-f.	7
Cu ajutorul dispozitivului propus în prezenta invenție, în varianta manuală se pot realiza un număr de aproximativ 600 de comprimate pe oră, adică aproximativ 200 g/h. De asemenea, toate etapele de matrițare se pot grupa și automatiza într-o mașină de matrițat automată, de la faza de alimentare cu pulbere preparată anterior, dozarea, amestecarea, omogenizarea, comprimarea și reprocessarea pulberii rezultate din prelucrările anterioare.	9
	11
	13

RO 134820 B1

Revendicări

1

3

1. Procedeu de matrițare/formare a catalizatorilor hidrofobi din cărbune impregnat cu platină și teflon, **caracterizat prin aceea că**, se utilizează un amestec uscat de pulbere de cărbune impregnat cu platină și teflon care este umectat cu o soluție formată din 5...15% raport volumic surfactant neionic sub formă de detergent lichid, solubil în apă cu rolul de a modifica comportamentul hidrofob al pulberii, 5...15% raport volumic de alcool etilic și apă, amestecul prezentându-se sub forma unei paste vâscoase cu bule fine de surfactant care se lasă 24 h la o temperatură < 19°C într-o nișă ventilată pentru evaporarea alcoolului.

9

11

2. Dispozitiv de matrițare/formare a catalizatorilor hidrofobi din cărbune impregnat cu platină și teflon, **caracterizat prin aceea că**, este constituit din 3 cilindri calibrați (1), cu diametrul de 3,5 mm, trei poansoane (6) care se deplasează în interiorul cilindrilor și comprimă pulberea încărcată în cilindri, comprimă pulberea, după care continuă cursa până la evacuarea catalizatorilor comprimați (7), pulberea (2) fiind afânată cu ajutorul pieptenului (4) și nivelată cu ajutorul racletei (5) în tava (3).

13

15

17

3. Dispozitiv de matrițare/formare a catalizatorilor hidrofobi din cărbune impregnat cu platină și teflon conform revendicării 2, **caracterizat prin aceea că**, încărcarea pulberii în cilindrii (1) se face prin introducerea în stratul de pulbere (2) cu mișcări scurte și repetate, prin impuls, până când pulberea este deversată pe la partea superioară a cilindrilor.

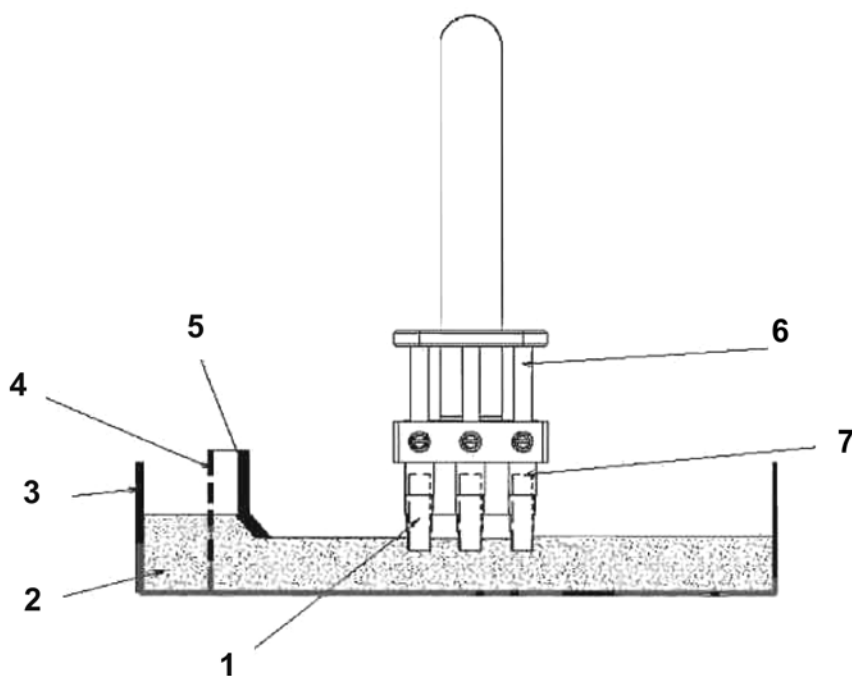
19

(51) Int.Cl.

B01J 27/128 (2006.01);

B01J 27/20 (2006.01);

B30B 11/02 (2006.01)



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 203/2024