



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

**Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării**

(21) Nr. cerere: **95-01675**

(22) Data de depozit: **16.03.1994**

(30) Prioritate: **02.04.1993 DE P 43 10 725.7;**

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
28.02.2000 BOPI nr. **2/2000**

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr. **DE 94 / 00835 16.03.1994**

(87) Publicare internațională:
Nr. **WO 94/22554 13.10.1994**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
EP 468608; RO 107839

(71) Solicitant: **HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN, DUSSELDORF, DE; LAUSITZER
BRAUNKOHLE AKTIENGESELLSCHAFT(LAUBAG), SENFTENBERG, DE;**

(73) Titular: **HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN, DUSSELDORF, DE; LAUSITZER
BRAUNKOHLE AKTIENGESELLSCHAFT(LAUBAG), SENFTENBERG, DE;**

(72) Inventatori: **KOHLSTADT HANS PETER, VELBERT, DE; MARTEN KLAUS, DORMAGEN, DE; THIELE
LOTHAR, LEICHLINGEN, DE; FAHLE WERNER, COTTBUS, DE; TOST RAINER WILLY,
COTTBUS, DE;**

(74) Mandatar: **ROMINVENT S.A. (AGENȚIE PENTRU BREVETE, DESENE, MĂRCI ȘI TRANSFER
TEHNOLOGIE) BUCUREȘTI**

(54) **FILTRU ȘI PROCEDEU DE FABRICARE A ACESTUIA**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un filtru și la un procedeu de fabricare a acestuia, filtrul fiind destinat pentru captarea și ridicarea apei de adâncime, pentru prepararea apei potabile și menajere și pentru infiltrarea apei în sol. Filtrul este constituit din nisip cuarțos, liant cu

un amestec pe bază de poliuretan, într-un raport în greutate de preferință mai mic de 16:1. Procedeu prevede realizarea amestecului, formarea, întărirea formelor la peste 120°C și extragerea filtrelor din forme, fără răcire prealabilă.

Revendicări: 7

RO 115419 B1



Invenția se referă la un filtru și la un procedeu de fabricare a acestuia, filtrul fiind destinat pentru captarea și ridicarea apei de adâncime, pentru prepararea apei potabile și menajere, precum și pentru infiltrarea apei în sol.

Un asemenea tip de filtru este descris în brevetul **DD 10931 g**. Corpul de filtru descris a fost fabricat din componente uscate, granulate, adecvate pentru un material de filtrare și dintr-un material de lipit cuprinzând două componente, pe bază de poliretan, raportul în greutate minim fiind de 20 : 1. Ca material granulat pentru filtru, se folosește de preferință nisip pietriș cu o granulație de 1,6 la 3,5 mm. Amestecul format din cele două componente se întărește de preferință în prezența unui catalizator la temperaturi nu mai mari de 120°C.

Filtrul de tipul cunoscut prezintă dezavantajul că nu este adecvat pentru obținerea apei de băut, deoarece filtrul spumează și carbonul legat organic este conținut în cantități nepermise de mari. În afară de aceasta, filtrele confecționate din nisip cuarțos, ce conțin o cotă parte de praf, și care sunt lipite cu un liant pe bază de poliuretan fără adăugarea vreunui agent modificador, se înmoaie prin depozitare în apă.

Mai este cunoscut [**EP 0468608**] un element de drenaj, confecționat dintr-un amestec de materiale ce cuprinde 20 la 30 părți masă de pietriș de filtrare și 1 parte masă de rășină reactivă pe bază de poliuretan, ca liant.

Dar și aceasta prezintă dezavantajele legate de prezența unei cote părți de praf în nisipul macrogranulat din care este confecționat respectivul element, la utilizarea pentru hidrate a elementului de acest tip.

Un alt dezavantaj este de ordin tehnologic, prin faptul că liantul poliuretanic folosit nefiind definit cu precizie, extragerea elementului de drenaj din formă, după întărire, este dificilă și în unele cazuri practic imposibilă. În plus, concentrația de liant crește de sus în jos, în elementele de drenaj astfel produse. Ca urmare, rezistența acestor produse nu este uniformă.

Problema pe care o rezolvă invenția de față constă în fabricarea unor filtre, cu care să poată capta și ridica apa de adâncime și, mai ales, pentru utilizarea în exploatare exterioare, pentru obținerea apei potabile și menajere.

Filtrul, conform invenției, conține nisip cuarțos; liant poliuretanic, într-un raport în greutate, mai mic de 20 : 1 și de preferință mai mic sau egal cu 16 : 1.

Procedeu de obținere a filtrului, conform invenției, prevede:

- omogenizarea componentelor: nisip cuarțos macrogranular, cota parte de praf fin și liant poliuretanic, în proporții prestabilite,
- umplerea formelor de profil stabilit cu amestecul omogenizat,
- întărirea formelor la temperatura peste 120°C și de preferință situată între 125 și 150°C și
- extragerea filtrelor rezultate din forme, fără răcire prealabilă.

Invenția de față prezintă următoarele avantaje:

- posibilitatea folosirii la obținerea filtrelor conform invenției a nisipului cuarțos, cu o cotă parte foarte fină, sub 1,6 mm în diametru, permite eliminarea fazei costisitoare de purificare a nisipului inițial de o componentă fină, prevăzută în procedeul cunoscut (**DD 109319**),

- cota parte de nisip cu granulație fină în componența filtrului permite fabricarea de produse, cu coeficienți de pătrundere a apei diferiți,

RO 115419 B1

- se pot reduce cheltuielile de fabricație, prin reducerea consumului de liant. 50
- În continuare, invenția se prezintă în detaliu.
- În cadrul procedurii conform invenției, se utilizează un anumit sistem de liant poliuretanic. Liantul conține, în mod caracteristic, un compus organic de staniu, cu masa moleculară peste 600, în calitate de catalizator, și un amestec de acid silicic înalt dispers și/sau bentonită, cu un aluminiu-silicat, ca agent de modificare. 55
- Prin "liant poliuretanic", se înțelege un material de lipit, constituit din poliizocionați, polioli, catalizatori, agenți de modificare și adaosuri de umplere. De preferință, se folosește un liant poliuretanic din două componente, un poliizocionat cu moleculă mică și un polioli cu o moleculă relativ mică, care mai conține și alte adaosuri, amestecarea realizându-se la scurt timp înainte de folosire. 60
- Pentru obținerea rășinii izocianat/polioli, se folosesc mai ales polihidroxi-polieter cu intervalul de greutate moleculară cuprins între 60 și 10000 și de preferință între 70 și 6000, cu 2 până la 10 grupe hidroxil, în sine cunoscut. Asemenea polihidroxipolieteri se obțin în mod cunoscut, prin alcoxilarea moleculelor inițiale adecvate, de exemplu de apă, glicol propilenic, glicol etilenic, glicerină, trimetilolpropan. Agenții adecvați de alcoxilare sunt mai ales oxidul de propilenă și, eventual, oxidul de etilenă. 65
- Ca poliizocionați, cei mai indicați sunt izocianații aromatici și alifatici polivalenți. De preferință, ei trebuie să conțină 2 până la cel mult 4 grupe NCO. Se preferă izocianații aromatici și din aceștia diizocianatul de difenilmetan. 70
- Pentru obținerea liantului poliuretanic, poliizocionatul se introduce în amestec, cu un exces de până la 30% exprimat în izocionat față de polioli și de preferință, cu un exces de 10 până la 25%. 75
- Prin "compus organic de staniu", se înțelege un compus ce cuprinde una sau mai multe legături Sn-C. Asemenea compuși pot să fie: dilaurat de dibutil- și dicotil-staniu, *di*-2-etilhexaoat de dioctil-staniu, distearat de dioctil-staniu, didodeciltiolat de dibutil- și dioctil-staniu, *tris*(tioglicolat-2-etilhexoat)acid de octil-staniu, (tioglicol-2-etilhexoat)acid de trioctil-staniu, (tioglicocol-2-etilhexoat), *cis* de tributil- și trioctil-staniu, precum și *tris*(tioetilenglicol-2-etilhexoat) de trioctil-staniu și de -tributil-staniu, (tioetilenglicol-2-etilhexoat) de trioctil-staniu și -tributil-staniul cu formula generală $R_nSn(S-CH_2CH_2OCOC_4H_9)_{4-n}$ în care R este o grupare alchil 4 la 8 atomi de carbon, *bis*(*beta*-metoxycarbonil-etil)staniu-*bis*(tioetilenglicol-2-etilhexoat), staniu-*bis*(acid tioglicolic-2-etilhexoat), -staniu dilaurat, -staniu-didodeciltiolat și *bis*(*beta*-ecetil-etil)staniu-*bis*(tioetilenglicol-2-etilhexoat), -staniu -*bis*(acid-*t*-glicolic-2-etilhexanoat), -staniu-dilaurat și-staniu-didodeciltiol. Compușii organici de staniu pot fi folosiți individual sau în amestec într-o cantitate cuprinsă între 0,001 la 0,5% și de preferință între 0,10 la 0,25% în greutate, față de cantitatea de polioli. 80
- Prin "acid silicic înalt dispers" se înțelege acid silicic cu peste 99,8% în greutate SiO_2 , obținut prin hidroliza tetraclorurii de siliciu, produsul se poate obține din comerț, sub denumirea comercială de "Aerosil". 85
- Prin "bentonită" se înțeleg argile impurificate, care au luat naștere prin alterarea tufurilor vulcanice. Se folosesc aceste produse sub denumirea comercială de "bentone". 95

RO 115419 B1

Prin "îngroșare de alumino-silicați" preferată, se înțelege pasta de absorber, mai ales pe bază de ulei de ricin. În acest mod, umiditatea din componentele uretanice nu mai dăunează în amestec. Concentrația alumino-silicatului se orientează după umiditatea estimată și este în general cuprinsă între 1 și 12% și mai ales între 2 la 8%, în greutate, față de polioli.

Polioliul poate să includă O până la 60% și mai ales 10 la 30% în greutate adaos de umplutură. În această categorie intră caolinul, felspatul, mica, făina de cuarț, sulfatul de bariu, oxizii de aluminiu, oxizii hidratați de aluminiu, hidroxizii de aluminiu, carbonatul de calciu ca piatră de var și calcit. Granulația substanței de umplere este până la 0,05 mm.

În funcție de condițiile concrete de folosire, poate să fie necesară stabilizarea poliuretanului, pentru prevenirea descompunerii. Ca antioxidanți se pot adăuga, în proporție de 1,5% în greutate, produsele Irganox 1010, 1076, 3114 și 1425 produse de firma Ciba Geigy Topanol O, produs de ICI și Goodrite, 3114, produsele firmei Goodrite.

Ca absorber UV, se poate folosi, în proporție de până la 1,5% în greutate, Tinuvin P, 328 și 144 (Ciba Geigy), Sanduvor VSU și 30 (Sandoz) și Chimasorb 81 al firmei Chimosa.

Se pot folosi și alți stabilizatori, până la 1,5% în greutate, ca Tinuvin 765 și 770 al firmei Ciba Geigy, Sanduvor 3050, 3051 și 3052 al firmei Sandoz și Chimasorb 119, al firmei Chimosa, precum și Mark LA 62, 63, 67 și 68, ale firmei Argus Chemical Corporation.

Compoziția și cantitatea de liant trebuie stabilite în funcție de granulația nisipului cuarțos din care se confecționează filtrul și a cotei părți nisip sub formă de praf a acestuia, cât și a destinației filtrului, respectiv rezistența care trebuie obținută și coeficientul de scurgere a apei, care urmează să fie vehiculat cu cât granulația nisipului este mai fină, cu atât mai mult este necesară o condiționare specială a compoziției liantului.

În filtrele conform invenției, raportul în greutate nisip cuarțos liant poliuretanice este sub 20:1 și de preferință mai mic sau egal cu 16:1. La o granulație a nisipului cuprinsă între 1,6 și 4 mm la un coeficient de scurgere a apei de 0 m³/min.m², se aplică pentru realizarea amestecului, cote egale de nisip cuarțos și liant, în greutate. La un nisip cu o granulație până la 4 mm, dar cu 20% în greutate sub 1,6 mm, față de cantitatea totală de nisip, se micșorează cotă parte de liant la cca 10% în greutate, față de cantitatea totală de nisip.

Nisipul folosit pentru obținerea filtrelor conform invenției este un nisip cuarțos, care constă din peste 85% cuarț în greutate și are o granulație până la 6 mm și mai ales până la 4 mm. Acest tip de nisip cuprinde până la 2% și mai ales până la 1%, în greutate, prafuri fine cu conținut de cuarț, cu diametru mai mic de 0,2 mm și mai ales cu diametrul cuprins între 0,06 și 0,1 mm. Cota parte de praf depinde de procesul de spălare și uscare a nisipului de cuarț. Se poate ajunge la un coeficient de scurgere a apei de 0 la 3 m³/min m² prin clasificări granulometrice diferite ale nisipului de cuarț, ținând cotă de cotă parte de praf fin.

În condiții concrete de folosire, liniile de sitare se înțelege ca fiind conductorii de apă de adâncime în materialul geologic, prin gradarea corespunzătoare a clasificării granulometrice, așa cum s-a descris mai sus, se ajunge de regulă la utilizarea unui strat de pietriș între conductorul de apă de adâncime și filtru, asigurând o curățare laminară a apei de adâncime în puț. În acest caz,

peretele filtrului descris acționează ca al 2-lea strat de pietriș și intensifică efectul curgerii laminare.

Forma geometrică a filtrului este, în principiu, așa cum se dorește și se orientează după scopurile concrete de folosire. Filtrele pot să fie mai ales plăci sau țevi. De preferință, țevile sunt rotunde, cilindrice, de o lungime care să permită manipularea lor ușoară. Diametrul și grosimea se orientează după mărimea și lungimea puțului care se obține din acestea. 150

Filtrul conform invenției nu conține elemente de ramorsare suplimentare pentru mărirea rezistenței sale mecanice. El este constituit în exclusivitate din nisip cuarțos granular, cu cota de praf a acestuia și din sistemul de liant poliuretan. Ca urmare, filtrul este constituit dintr-un material ce constă din 80 la 95%, în greutate, nisip cuarțos și din 5 la 20%, în greutate, liant poliuretan. 155

Liantul poliuretan este constituit din 50 la 90% rășină reactivă de izocianat/poliol, 0,0005 la 0,25 în greutate compuși organici de staniu, 0,03 la 2,5% în greutate acid silicic dispers și/sau bentonită, 0,5 la 6% în greutate alumino-silicați și 0 la 50% în greutate adaosuri uzuale de umplere. 160

Filtrele se fabrică prin adăugarea la nisipul cuarțos a prafului rezultat în procesele de spălare și uscare a acestuia a sistemului pe bază de liant poliuretan. De preferință, cele două componente ale liantului poliuretan, care conțin catalizatorii și agenții de modificare, se amestecă inițial împreună, după care se adaugă în nisipul cuarțos și amestecul se omogenizează intim, după care se introduce în forme. Formele se încălzesc la o temperatură peste 120°C, de preferință la temperatura cuprinsă între 125 și 150°C, timp de cel mult 1 min. Produsele se extrag din forme, fără răcire prealabilă. Filtrele astfel obținute se pot dirija imediat, după răcire la temperatura mediului ambiant, la locul lor de folosire, fără vreo tratare suplimentară. Rezultă, deci, că procedeul de obținere a filtrelor, conform invenției, este foarte economic, deoarece lianții poliuretani în cadrul tehnologiilor obținute necesită timpi de întărire foarte lungi la temperaturi peste 100°C, atunci când filtratul trebuie să aibă calitatea de apă de băut. 170 175

Filtrele conform invenției se utilizează pentru obținerea apei potabile și menajere din ape de adâncime, respectiv pentru infiltrarea apei în sol. Pe baza ratelor de pătrundere liberă a apei, care pot fi reglate, se pot construi puțuri, care exclud o legătură dintre diferiții conductori de apă de adâncime. Conductorii de apă de adâncime cu apă necorespunzătoare pot fi construiți din țevi impermeabile la apă, așa- numitele țevi pline cu permeabilitate pentru apă de 0 m³/min m². Straturile de pământ cu apă corespunzătoare se amenajează cu filtre permeabile pentru apă. 180

De asemenea, este posibil să se irige solul, prin prevederea de puțuri de infiltrație, cuprinzând filtre coform invenției. 185

Se prezintă, în continuare, exemple concrete, dintre care, două de realizare a invenției și unu de comparație.

Exemplul 1. Obținerea filtrului în formă de țeavă

Componenta de rășină a liantului constă din:

- 53 părți polipropilenglicol difuncțional cu cifra OH de cca 280,
- 8 părți polipropilenglicol trifuncțional, cu cifra OH de cca 380,
- 29,27 părți caolin,
- 8,00 părți silicat de aluminiu-sodiu în ulei de ricin (amestec 1:1),

190

RO 115419 B1

- 195 - 0,03 părți dilaurat de dibutil-staniu și
- 1,8 părți bentone 34 (părțile sunt exprimate în greutate).
- Componenta de rășină de întărire constă din 4,4'-diizocianat de difenilmetan.
- 200 Intr-un amestecător dinamic, la cca 20°C se amestecă 100 părți în greutate rășină cu 65 părți în greutate agent de întărire și apoi liantul astfel pregătit se amestecă într-un amestecător cu melc cu o cantitate de paisprezece ori mai mare de nisip cuarțos, cu o mărime a particulelor între 1,0 și 4,00 mm la o cotă parte de praf de 0,5% în greutate. Acest amestec se introduce într-o formă de țevă cu lungimea de 1 m și se întărește prin încălzire la 135°C, timp
- 205 de 9 min. După acest interval de timp, filtrul în formă de țevă se extrage din formă fără răcire, fără să ridice probleme, neaderând la peretele formei. După răcire la temperatura ambiantă, este posibilă utilizarea imediată, la un coeficient de pătrundere a apei conform clasificării granulometrice alese. Corespunzător exemplului descris, acest coeficient este de 3 m³/min.m².
- 210 **Exemplul 2. Obținerea filtrului în forma unei țevi pline**
- Componenta de rășină a liantului constă din:
- 30 părți polipropilenglicol difuncțional cu cifra OH de 280 mg KOH/g,
- 12 părți polipropilenglicol trifuncțional cu cifra OH de 380,
215 - 49,08 părți făină de piatră de var, cu o mărime a particulelor sub 0,05 mm,
- 8 părți silicat aluminiu-sodiu în ulei de ricin (amestec),
- 0,02 părți dilaurat de dibutil-staniu,
- 0,90 părți Aerosil 200.
(Părțile sunt exprimate în greutate).
- 220 - Componenta rășină de întărire constă din 4,4'-diizocianat de difenilmetan (produs burt).
- 225 Rășina și agentul de întărire se amestecă într-un amestecător dinamic, într-un raport în greutate de 3:1 și apoi într-un amestecător cu melc la temperatura ambiantă, cu o cantitate de opt ori mai mare de nisip cuarțos cu o mărime a particulelor între 0,5 și 1,6 mm, la o cotă parte de praf de 0,8% în greutate, amestecarea efectuându-se intens.
- 230 Amestecul se introduce într-o formă de țevă și se întărește prin încălzire la 130°C, timp de 9 min. Filtrul în formă de țevă se poate extrage din formă fără răcire, neexistând aderenții la pereții formei. După răcire la temperatura ambiantă, filtrele în formă de țevă se pot utiliza imediat, la un coeficient de debit al apei conform clasificării granulometrice alese. Corespunzător exemplului descris, acest coeficient este sub 0,1 m³/min.m².
- 235 **Exemplul 3. Comparativ**
- Componenta de rășină a liantului constă din:
- 56 părți în greutate propilenglicol difuncțional cu cifra OH 280 mg KOH/g,
- 10 părți în greutate polipropilenglicol trifuncțional cu cifra OH de 380 mgKOH/g,
240 - 33,97 părți în greutate caolin, și
- 0,03 părți în greutate, dilaurat de dibutil-staniu.
- Componenta de întărire este 4,4'-diizocianat de difenilmetan.
100 părți în greutate rășină se amestecă cu 67 părți în greutate agent

de întărire, în aceleași condiții ca în exemplul 1, și apoi cu nisip, de asemenea la fel ca în exemplul 1, după care, amestecul se introduce într-o formă corespunzătoare de țeavă și se întărește prin încălzire timp de 9 min la 135°C. 245

Țeava obținută s-a putut extrage din formă numai foarte greu, amestecul aderând parțial la formă, spre deosebire de produsele obținute în condițiile conform invenției, din exemplele 1 și 2, în produsul rezultat în acest exemplu, concentrația din liant crește în mod evident de sus în jos. După răcire, din produsul rezultat se pot rupe cu mâna, cu o putere medie, particule de pietriș din muchia superioară a acestuia. În plus, țeava obținută devine moale, după o depozitare de o zi în apă. După 4 zile de depozitare în apă, se pot rupe ușor cu mâna bucăți de țeavă. 250

255

Revendicări

1. Filtru, destinat captării și ridicării apei de adâncime, constituit din materiale formabile, nisip cuarțos liat cu un amestec de bază de poliuretan, **caracterizat prin aceea că**, conține nisip cuarțos: liant poliuretanic într-un raport în greutate mai mic de 20:1 și, de preferință, mai mic sau egal cu 16:1. 260

2. Filtru, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, este constituit din nisip cuarțos, cu o clasificare granulometrică până la 6 mm și de preferință până la 4 mm, având o cotă parte de până la 1% în greutate praf, sub 0,2 mm și de preferință între 0,06 și 0,1 mm. 265

3. Filtru, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, conține un liant poliuretanic, constituit din polioli, izocianat, un compus organic de staniu cu greutatea moleculară peste 600, drept catalizator, și un amestec de acid silicic înalt dispers și/sau bentonită, cu un îngroșător aluminosilicat, de preferință constituit din pastă de absorber, mai ales cu conținut de ulei de ricin. 270

4. Filtru, conform revendicărilor 1 și 3, **caracterizat prin aceea că**, liantul poliuretanic conține, în greutate, 50 ... 99% rășină reactivă izocianat/polioli, 0,0005 ... 0,25% compuși organici de staniu, 0,03 ... 2,5% acid silicic și/sau bentonită, 0,5 ... 6% aluminosilicați și 0 ... 50% adaosuri uzuale de umplutură. 275

5. Filtru, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, are o secțiune circulară și este lipsit de elemente suplimentare de ramsare, pentru creșterea rezistenței mecanice.

6. Filtru, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, prezintă caracteristicile pentru a fi utilizat la construcția de puțuri, pentru drenaje în domeniul exploatărilor curente, pentru obținerea apei potabile, pentru drenajul săpăturilor de fundații și pentru infiltrări de apă, necesare irigațiilor. 280

7. Procedeu de fabricare a filtrului, definit în revendicările 1 la 6, prin formarea amestecului nisip-liant și realizarea întăririi la cald, **caracterizat prin aceea că**, prevede: 285

- omogenizarea componentilor: nisip cuarțos macrogranular, cota parte de praf fin și liant poliuretanic, în proporții prestabilite,
- umplerea formelor de profil stabilit cu amestecul omogenizat,
- întărirea formelor la temperatura peste 120°C și de preferință la temperatura între 125 și 150°C,
- extragerea filtrelor rezultate din forme, fără răcire prealabilă. 290

Președintele comisiei de examinare: **ing. Florea Stela**

Examinator: **ing. Panin Elena**

