



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00137**

(22) Data de depozit: **25/02/2015**

(41) Data publicării cererii:
30/08/2016 BOPI nr. **8/2016**

(71) Solicitant:

- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM, SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202, SECTORUL 6, BUCUREȘTI, RO;
- UNIVERSITATEA DIN BUCUREȘTI, BD.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.36-46, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR, BD.BIRUIȚEI NR.102, PÂNTELIMON, IF, RO;
- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE ȘI DEZVOLTARE PENTRU FIZICA LASERILOR, PLASMEI ȘI RADIAȚIEI (INFLPR), STR.ATOMIȘTILOR NR.409, MĂGURELE, IF, RO;
- EDAS EXIM S.R.L., STR.BANAT NR.23, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

- SĂRBU ANDREI, STR. VALEA OLTULUI NR. 16, BL. A28, SC. C, ET. 2, AP. 37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- SANDU TEODOR, STR. PARÂNGULUI NR. 43A, ET. 1, AP. 4, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
- ZAHARIA ANAMARIA, BD. ALEXANDRU OBREGIA NR. 20 BIS, BL. 20 BIS, SC. A, ET. 3, AP. 14, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- APOSTOL STELUȚĂ, STR.NOVACI NR.10, BL.P.60, SC.4, AP.92, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- ZAVOIANU RODICA, BD. BUCUREȘTI NOI NR.93-97, BL. B3, SC. B, ET. 2, AP. 54, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
- MARA ELEONORA LUMINIȚĂ, STR.HUȘI NR.4, BL. B35, SC.3, ET.1, AP.39, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;

- SĂRBU LILIANA, STR. VALEA OLTULUI NR. 16, BL. A28, SC. C, ET. 2, AP. 37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- BACALUM FANICA, SERGENT SCARLAT NR. 12, BL. 12, AP. 35, SC. 2, ET. 4, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- BÎRJEGA RUXANDRA, STR. COMĂNDOR A POPOVICI 6A SC. A, BL. 6, AP. 14, BUCUREȘTI, B, RO;
- VIZIREANU SORIN, STR. VEDEA NR.6, BL.86AB, SC.1, AP.8, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- OLARU ANDREEA GABRIELA, INTRAREA PATINOARULUI NR. 23, BL. PM55, SC. B, AP. 57, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- COSAȘU DAN, STR. FELICIA RACOVITĂ NR. 2-4, ET. 3, AP. 5, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- VELEA TEODOR, STR.ZAMBILELOR NR.6, BL.60, SC.1, ET.2, AP.5, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- GRĂDINARU IOANA ANDREEA, STR. CRIȘULUI NR. 30, BĂICOI, PH, RO;
- RADU ANIȚA LAURA, INTRAREA CUCURUZULUI NR. 20, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- FLOREA MIHAELA, CALEA 13 SEPTEMBRIE NR. 226, BL. V54, SC. 1, ET. 2, AP. 2, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- COJOCARU BOGDAN-EUGEN, STR. TEIUL DOAMNEI NR. 16, BL. 2, SC. 2, ET. 4, AP. 53, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- DRĂGUȚ VALENTIN, STR. MIHAI BRAVU NR. 120, BL. D28, SC. A, ET. 7, AP. 21, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- IORDACHE TANȚA-VERONA, ALEEA DOLINA NR. 6, BL. 70, SC. 1, AP. 4, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- FLOREA ANA-MIHAELA, STR. GRIVIȚEI NR. 4, BL. 2, AP. 1, SC. A, PARTER, BĂILE GOVORA, VL, RO

(54) PROCEDEU DE PREPARARE A SPUMELOR CERAMICE PE BAZĂ DE NOROI ROȘU

(57) Rezumat:

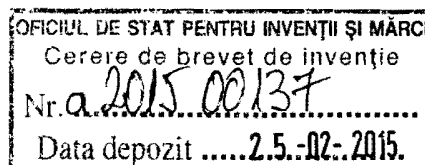
Invenția se referă la un procedeu de preparare a spumelor ceramice pe bază de noroi roșu, cu utilizări în procese catalitice, în reținerea suspensiilor solide din gaze, și în procese de epurare a apelor. Procedeu conform invenției constă în gelifierea unei compoziții formate dintr-o suspensie apoasă de noroi roșu, eventual și cu caolină și/sau silicat de sodiu-acid acrilic

și metilen bisacrilamidă, prin inițiere redox, obținându-se corpuri ceramice precursor, care urmează o tratare termică în aer, din care rezultă o spumă ceramică având o porozitate de 70...85% și un diametru mediu al porilor de 0,74...0,88 mm.

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).





36

PROCEDEU DE PREPARARE A SPUMELOR CERAMICE PE BAZĂ DE NOROI ROȘU

Prezenta invenție se referă la un procedeu de preparare a spumelor ceramice pe bază de noroi roșu, cu utilizări în procese catalitice, în reținerea suspensiilor solide din gaze și în procese de epurare a apelor.

Noroiul roșu, este un deșeu de fabricație rezultat din procedeul Bayer de producere a aluminei și care conține în principal oxizi de fier și de aluminiu. Este un deșeu periculos, din cauza alcalinității foarte ridicate. El se depozitează în halde speciale, care scot din circuit suprafețe importante de teren, infestând în același timp solul și apele freatice. Datorită pericolelor, aceste halde necesită întreținere și paza permanentă. De aceea folosirea acestui deșeu pentru obținerea de produse utile este o preocupare importantă a cercetătorilor din domeniu. Una din posibilitățile de reciclare a noroiului roșu o reprezintă prepararea spumelor ceramice.

Se cunosc mai multe metode de obținere a spumelor ceramice din noroi roșu.

- 1) *Într-o primă metodă*, praful de noroi roșu se amestecă în stare uscată cu cenușa de termocentrală (fly ash) și carbonat de calciu (ca agent de formare a spumei), se presează într-o formă la 20 MPa și apoi piesele se supun unui tratament termic în aer, prin încălzire cu o viteză de 15 °C/min, până la temperatura de 760- 840 °C, unde se mențin 5-30 minute și apoi sunt lăsate să se răcească în aer [1]. Metoda are dezavantajul ca necesită o presă, iar temperatura de tratare de peste 750 °C necesită un cuptor de temperatură ridicată și care are un mare consum de energie.
- 2) *Într-o altă metodă* spumele ceramice se obțin prin amestecarea a 40-50% noroi roșu, cu 26-40% cenușă de termocentrală (fly ash), 15- 20% borat de sodiu și 5% silicat de sodiu (agent de formare a spumei). Amestecul este presat în formă la 10 MPa și tratat termic în 2 etape: 1 oră la 400 °C și 2 ore la 800- 1100 °C. De la temperatura camerei până la 400 °C și de la 400 °C până la 800 °C- 1100 °C, încălzirea se realizează cu 3 °C/minut [2]. Metoda are dezavantajul că necesită o presă, iar cele 2 etape de tratament termic, una la temperatură moderată (400 °C) și cealaltă la temperatură înaltă (800- 1100 °C) necesită un cuptor de temperatură ridicată și un mare consum de energie.
- 3) *Într-o a treia metodă*, noroiul roșu este amestecat cu un ulei, de tipul ulei de furnal sau ulei auto uzat, care are rolul de agent de reducere, dar și de spumare, iar amestecul omogen al

acestora se introduce într-un creuzet din grafit și se încălzește la 1000- 1300 °C, unde se menține 1-2 ore. Metoda nu conduce la spume ceramice pure ci la amestec de spume ceramice și metal, deoarece concomitent cu spumarea produsă de formarea CO₂ are loc și reducerea oxidului de fier și a altor oxizi din noroiul roșu la metale. Metoda utilizează creuzete scumpe și se lucrează la temperaturi peste 1000 °C, ceea ce necesită un cuptor cu temperatură ridicată și un mare consum energetic.

4) *O a patra metodă* care se poate aplica și în cazul noroiului roșu este tehnica replicării, folosită și în cazul altor spume ceramice, care constă în îmbibarea suspensiei apoase conținând materialul ceramic într-un burete poliuretanic. Apoi buretele îmbibat este mai întâi uscat la circa 100 °C și apoi ars la circa 500 °C, rezultând un material care de regulă este apoi sinterizat la temperatură înaltă [4-7]. Principalul dezavantaj al acestei metode constă în aceea că spuma ceramică are o rezistență mecanică mică. Porozitatea este foarte neuniformă. De asemenea, în cursul arderii poliuretanilor se elimină gaze foarte toxice. Metoda necesită un cuptor de temperatură ridicată și implică un mare consum energetic.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în utilizarea ca agent de spumare a unui hidrogel polimeric compozit pe baza de acid acrilic, obținut cu un sistem redox de inițiere radicalică, prin gelifierea compoziției formată din suspensie apoasă de noroi roșu și eventual caolină, silicat de sodiu sau amestecuri ale acestora, acid acrilic (AA) și metilen bisacrilamidă (MBA), piesele sunt obținute prin gelcasting și după uscare, urmează o tratare termică în aer la temperaturi moderate, când acidul poliacrilic se decarboxilează cu formare de CO₂, concomitent cu arderea polimerului carbocatenar, producând formarea spumei ceramice, parametrii procedurii fiind astfel aleși încât să se obțină caracteristicile compoziționale și structurale dorite ale spumei ceramice, corespunzătoare domeniilor de utilizare.

Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele procedurilor menționate anterior prin aceea că noroiul roșu (praf sau suspensie apoasă) ca atare, sau în amestec cu praf de caolină sau soluție apoasă 50% de silicat de sodiu, sau cu amestecuri ale acestora în diferite proporții, se dispersează timp de 0,5-1,0 ore în apa distilată, în prezența de soluție apoasă 20 % de poliacrilat de amoniu, adăugată în raport masic de 1-3:1 față de compusii anorganici (calculați ca substanțe uscate), pentru a se forma o suspensie apoasă, în care se adaugă acid acrilic (concentrația AA fiind de 5-20% față de suspensia finală), o soluție apoasă 1-2% de N, N' metilen bis acrilamida (2-3% MBA față de acidul acrilic), o soluție apoasă 1,0- 3,0 % de metabisulfit de sodiu

(concentrația de metabisulfid de sodiu în suspensie fiind de 0,8 – 3,0 % față de acidul acrilic) și într-o altă variantă se mai adaugă o soluție apoasă 2,0- 4,0 % de sulfat feros (concentrația de sulfat feros în suspensie fiind de 0,2-0,8 % față de AA), se amestecă totul timp de 2-5 minute, după care se adaugă o soluție apoasă 1,0-3,0 % de persulfat de potasiu (concentrația de persulfat de potasiu în suspensie fiind de 1,0- 4,0 % față de acidul acrilic), se mai agită energic timp de 1-2 minute, iar suspensia finală, având concentrația totală (însumată) de noroi roșu, caolină și silicat de sodiu de 10-40 % (din care minim jumătate este noroi roșu, exprimat ca substanță uscată), se toarnă imediat în formă și se lasă să gelifice timp de 10-20 minute, la temperatura de 20- 50 °C, se mai lasă la temperatura camerei (20-25 °C) încă 90- 120 minute pentru definitivarea reacției, după care piesa precursoră, formată prin gel-casting se scoate din formă, se lasă să se preusuce în aer, la temperatura camerei (20- 25 °C) timp de 20- 24 de ore și se pune într-o etuvă, la temperatura de 105-110 °C, unde se mentine timp de 2- 4 ore și apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor de tratament termic, aflat la temperatura de 25- 30 °C și se ridică temperatura cuptorului până la o valoare de 250-350 °C, temperatura menținându-se la acea valoare timp de 2- 3 ore, pentru a se produce spumarea de către agentul de spumare (hidrogelul poliacrilic), după care se oprește încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală.

Inventia prezintă următoarele avantaje:

- permite reducerea cantității de deșeuri periculoase și reintroducerea în circuitul economic a unui deșeu care are puține utilizări comerciale;
- nu necesită aparatură complicată (presă, creuzete speciale și cuptor de temperatură ridicată), deoarece formarea corpurilor ceramice precursoră se realizează prin gel-casting iar formarea spumei se realizează la temperaturi moderate;
- utilizează materii prime ieftine, dintre care noroiul roșu este un deșeu;
- se obține o spumă ceramică fără amestec cu metale;
- permite dirijarea porozității și a proprietăților fizico-mecanice, prin alegerea corespunzătoare a concentrației de monomeri, a concentrației de noroi roșu, precum și prin adausul de caolină și/sau silicat de sodiu;
- are un consum energetic redus, atât prin aceea că polimerizarea reticulantă se face la temperatura camerei, cât și prin aceea că temperatura maximă de tratament termic este de 350 °C;

- prezintă un pericol redus asupra sănătății salariaților și asupra mediului înconjurător, deoarece nu se folosesc monomeri cancerigeni sau neurotoxici și nu se degajă compuși toxici în timpul tratamentul termic;

Se dau în continuare exemple de realizare a invenției:

Exemplul 1. Intr-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 10 g praf de noroi roșu, 31 ml apă distilată și 30 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 3:1 față de praful anorganic). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 0,5 ore. Apoi se oprește agitare energetică și sub o agitare lentă se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 15 ml soluție apoasă 1% de MBA (3% MBA față de AA) și 4 ml soluție apoasă 1% de MS (0,8% MS față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 2 minute. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 1% de PK (1% PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 1 minut. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 minute la temperatura de 20 °C, pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 120 minute la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20-25 °C), timp de 20 ore. După preuscarea, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 105 °C, unde se lasă timp de 4 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 250 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 4 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 71% și cu un diametru mediu al porilor de 0,8 mm.

Exemplul 2. Intr-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 16 g praf de noroi roșu, 7 ml apă distilată și 16 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1:1 față de praful anorganic). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 oră. Apoi se oprește agitare energetică și sub o agitare lentă se adaugă 20 g (19 ml) AA, 20 ml soluție apoasă 2% de MBA (2% MBA față de AA), 10 ml soluție apoasă 3% de MS (3% MS față de AA) și 1 ml soluție apoasă 2% de sulfat feros (0,2 % sulfat feros față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 5 minute. Apoi se adaugă 10 ml soluție apoasă 3 % de PK (3 % PK față de AA) și se repornește agitare energetică

timp de 1 minut. Se oprește agitatea și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 10 minute la temperatura de 25 °C , pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 90 minute, la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul încojurator, la temperatura camerei (20-25 °C) timp de 24 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110 °C, unde se lasă timp de 2 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 350 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 2 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 83% și cu un diametru mediu al porilor de 0,74 mm.

Exemplul 3. Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 20 g noroi roșu (suspensie cu concentrația de apă 50%), 32,5 ml apă distilată și 20 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 2:1 față de substanță uscată din noroiul roșu). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 45 minute. Apoi se oprește agitatea energetică și sub o agitare lentă se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 7,5 ml soluție apoasă 2 % de MBA (3% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 3 % de MS (3,0 % MS față de AA). Se repornește agitatea energetică timp de 2 minute. Apoi se adaugă 10 ml soluție apoasă 2 % de PK (4 % PK față de AA) și se repornește agitatea energetică timp de 2 minute. Se oprește agitatea și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 15 minute la temperatura de 25 °C pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 100 minute la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul încojurator, la temperatura camerei (20-25 °C), timp de 22 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110 °C, unde se lasă timp de 4 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 4 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spuma ceramică cu o porozitate de 72% și cu un diametru mediu al porilor de 0,85 mm.

Exemplul 4. Intr-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 40 g praf de noroi roșu și 40 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1:1 față de praful de noroi roșu). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 oră. Apoi se oprește agitare energetică și sub o agitare lentă se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2 % de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2 % de MS (2,0 % MS față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 2 minute. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2 % de PK (2 % PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 2 minute. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 minute la temperatura de 50 °C, pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 120 minute, la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul încojurator, la temperatura camerei (20-25 °C) timp de 24 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110 °C, unde se lasă timp de 3 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 70%, și cu un diametru mediu al porilor de 0,62 mm.

Exemplul 5. Intr-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 20 g praf de noroi roșu, 20 g praf de caolina și 40 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1:1 față de praful de noroi roșu+ caolina). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu și caolinei, timp de 1 oră. Apoi se oprește agitare energetică și sub o agitare lentă se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2 % de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2 % de MS (2,0 % MS față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 5 minute. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2 % de PK (2 % PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 2 minute. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 minute la temperatura de 45 °C, pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 120 minute, la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul încojurator, la temperatura camerei (20-25 °C), timp de 22 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 105 °C, unde se lasă timp de 3 ore. Apoi piesa uscată

este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 350 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 2 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 72% și cu un diametru mediu al porilor de 0,65 mm.

Exemplul 6. Intr-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 20 g praf de noroi roșu, 20 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu și 40 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1,33:1 față de noroiul roșu + silicatul de sodiu, exprimate ca substanțe uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 oră. Apoi se oprește agitarea energetică și sub o agitare lentă se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2 % de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2 % de MS (2,0 % MS față de AA). Se repornește agitarea energetică timp de 3 minute. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2 % de PK (2 % PK față de AA) și se repornește agitarea energetică timp de 2 minute. Se oprește agitarea și suspensia se toarnă imediat în formă pregătită, în care se lasă timp de 20 minute la temperatura de 45 °C, pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 120 minute, la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul încojurator, la temperatura camerei (20-25 °C) timp de 24 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110 °C, unde se lasă timp de 4 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 2 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 85% și cu un diametru mediu al porilor de 0,83 mm.

Exemplul 7. Intr-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 10 g praf de noroi roșu, 20 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu, 8 ml apa distilată și 30 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1,5:1 față de noroiul roșu + silicatul de sodiu, exprimate ca substanțe uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 oră. Apoi se oprește agitarea energetică și sub o agitare lentă se adaugă 10 g (9,5 ml) AA, 10 ml soluție apoasă 2 % de MBA (2% MBA față de

AA), 5 ml soluție apoasă 2 % de MS (1 % MS față de AA) și 2 ml soluție apoasă 4% de sulfat feros (0,8% față de AA). Se repornește agitare energică timp de 2 minute. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2 % de PK (1 % PK față de AA) și se repornește agitare energică timp de 1 minut. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 15 minute la temperatura de 40 °C, pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 110 minute, la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20-25 °C) timp de 24 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110 °C, unde se lasă timp de 4 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 79% și cu un diametru mediu al porilor de 0,88 mm.

Exemplul 8. Într-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 10 g praf de noroi roșu, 10 g praf de caolină, 20 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu și 30 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1:1 față de noroiul roșu + caolina + silicatul de sodiu, exprimate ca substanțe uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energică. Se efectuează dispersarea noroiului roșu, timp de 1 oră. Apoi se oprește agitare energică și sub o agitare lentă se adaugă 10 g (9,5 ml) AA, 10 ml soluție apoasă 2 % de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2 % de MS (1,0 % MS față de AA). Se repornește agitare energică timp de 2 minute. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2 % de PK (1 % PK față de AA) și se repornește agitare energică timp de 1 minut. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 15 minute la temperatura de 25 °C pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 110 minute, la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20-25 °C) timp de 24 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110 °C, unde se lasă timp de 4 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 300 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din

cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 81% și cu un diametru mediu al porilor de 0,78 mm.

Exemplul 9. Intr-un pahar Berzelius cu capacitatea de 200 ml se introduc 30 g suspensie de noroi roșu (concentrația de apă 70%), 5 g praf de caolină, 10 g soluție apoasă 50% de silicat de sodiu și 35 ml soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (raport 1,17:1 față de noroiul roșu + caolina + silicatul de sodiu, exprimate ca substanțe uscate). Se introduce în pahar un agitator mecanic și se pornește o agitare energetică. Se efectuează dispersarea noroului roșu, timp de 1 oră. Apoi se oprește agitare energetică și sub o agitare lentă se adaugă 5 g (4,75 ml) AA, 5 ml soluție apoasă 2 % de MBA (2% MBA față de AA) și 5 ml soluție apoasă 2 % de MS (2,0 % MS față de AA). Se repornește agitare energetică timp de 2 minute. Apoi se adaugă 5 ml soluție apoasă 2 % de PK (2 % PK față de AA) și se repornește agitare energetică timp de 2 minute. Se oprește agitare și suspensia se toarnă imediat în forma pregătită, în care se lasă timp de 20 minute la temperatura de 35 °C, pentru gelifiere. Apoi se mai lasă timp de 120 minute, la temperatura camerei (20-25 °C), pentru definitivarea reacției. Se scoate piesa din formă și se lasă la preuscat în aerul înconjurător, la temperatura camerei (20-25 °C) timp de 22 ore. După preuscare, piesa se introduce într-o etuvă la temperatura de 110 °C, unde se lasă timp de 4 ore. Apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor și se pornește încălzirea cuptorului. Din momentul în care temperatura în cuptor ajunge la 320 °C, se menține piesa la această temperatură timp de 3 ore, după care se întrerupe încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală. Se obține o spumă ceramică cu o porozitate de 74% și cu un diametru mediu al porilor de 0,75 mm.

PROCEDEU DE PREPARARE A SPUMELOR CERAMICE PE BAZĂ DE NOROI ROȘU

REVENDICARI

1. Procedeu de preparare a spumelor ceramice pe bază de noroi roșu, caracterizat prin aceea că noroiul roșu (praf sau suspensie apoasă) ca atare, sau în amestec cu praf de caolină sau soluție apoasă 50% de silicat de sodiu, sau cu amestecuri ale acestora în diferite proporții, se dispersează timp de 0,5-1,0 ore în apa distilată, în prezența de soluție apoasă 20 % de poli-acrilat de amoniu, adăugată în raport masic de 1-3:1 față de compusii anorganici (calculați ca substanțe uscate), pentru a se forma o suspensie apoasă, în care se adaugă acid acrilic (concentrația AA fiind de 5-20% față de suspensia finală), o soluție apoasă 1-2% de N, N' metilen bis acrilamida (2-3% MBA față de acidul acrilic), o soluție apoasă 1,0- 3,0 % de metabisulfat de sodiu (concentrația de metabisulfat de sodiu în suspensie fiind de 0,8 – 3,0 % față de acidul acrilic), se amestecă totul timp de 2-5 minute, după care se adaugă o soluție apoasă 1,0-3,0 % de persulfat de potasiu (concentrația de persulfat de potasiu în suspensie fiind de 1,0- 4,0 % față de acidul acrilic), se mai agită energic timp de 1-2 minute, iar suspensia finală, având concentrația totală (însușită) de noroi roșu, caolină și silicat de sodiu de 10-40 % (din care minim jumătate este noroi roșu, exprimat ca substanță uscată), se toarnă imediat în formă și se lasă să gelifice timp de 10-20 minute, la temperatura de 20- 50 °C, se mai lasă la temperatura camerei (20-25 °C) încă 90- 120 minute pentru definitivarea reacției, după care piesa precursoră, formată prin gel-casting, se scoate din formă, se lasă să se preusuce în aer, la temperatura camerei (20- 25 °C) timp de 20- 24 de ore și se pune într-o etuvă, la temperatura de 105-110 °C, unde se menține timp de 2- 4 ore și apoi piesa uscată este introdusă într-un cuptor de tratament termic, aflat la temperatura de 25- 30 °C și se ridică temperatura cuptorului până la o valoare de 250-350 °C, temperatura menținându-se la acea valoare timp de 2- 3 ore, pentru a se produce spumarea de către agentul de spumare (hidrogelul poli-acrilic), după care se oprește încălzirea, se scoate piesa din cuptor și se lasă să se răcească în convecție naturală.

2. Procedeu de preparare a spumelor ceramice pe bază de noroi roșu, conform cu revendicarea 1, caracterizat prin aceea că, după adăugarea soluției apoase de metabisulfat de sodiu, în suspensie se mai adaugă o soluție apoasă 2,0- 4,0 % de sulfat feros (concentrația de sulfat feros în suspensie fiind de 0,2-0,8 % față de AA), după care se procedează conform descrierii din revendicarea 1