

(19) REPUBLIKA SRBIJA

(12) Patentni spis

(11) **63186 B1**



ZAVOD ZA
INTELEKTUALNU SVOJINU
BEOGRAD

(51) Int. Cl.
C04B 35/76 (2006.01)
B28B 1/04 (2006.01)
E04F 15/12 (2006.01)

(21) Broj prijave: **P-2020/0543**
(22) Datum podnošenja prijave: **07.05.2020.**
(43) Datum objavljivanja prijave: **28.02.2022.**
(45) Datum objavljivanja patenta: **30.06.2022.**

(73) Nosilac patenta:
**INSTITUT ZA NUKLEARNE NAUKE
„VINČA“ – INSTITUT OD NACIONALNOG
ZNAČAJA ZA REPUBLIKU SRBIJU,
UNIVERZITETA U BEOGRADU (CENTAR
ZA SINTEZU, PROCESIRANJE I
KARAKTERIZACIJU MATERIJALA ZA
PRIMENU U EKSTREMNIM USLOVIMA-
CEXTREME LAB)**
**Mike Petrovića Alasa 12-14
11351 Beograd-Vinča, RS**

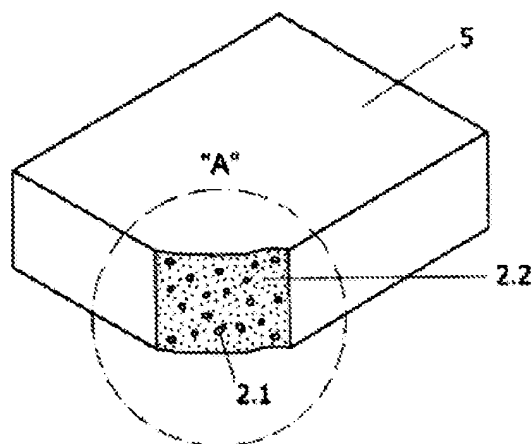
(72) Pronalazači:
**PAVKOV, Vladimir; BAKIĆ, Gordana;
MAKSIMOVIĆ, Vesna; LUKOVIĆ, Jelena;
MATOVIĆ, Branko**

(74) Zastupnik:

(54) Naziv: **POSTUPAK IZRADE ELEMENATA PODNIH OBLOGA ZA UNUTRAŠNJE I
SPOLJAŠNJE POPLOČAVANJE I ELEMENT PODNE OBLOGE**

(57) Apstrakt:

Postupak izrade elemenata podnih obloga za unutrašnje i spoljašnje popločavanje i element podne obloge, pripada oblasti hemije, obrade materijala i građevinarstva, u širem smislu, a odnosi se na završne radove i oblikovane keramičke proizvode karakteristične po svom sastavu i svojstvima u užem smislu. Uz pravilnu tehnološku proceduru, koju čine: mlevenje, mešanje, presovanje i sinterovanje materijala, nastaje element (5) željenih mehaničkih svojstava, koji može biti u obliku cigle ili ploče različitih geometrijskih oblika u osnovi. Za izradu elementa (5) koristi se mleveni bazaltni prah (2.2) u koji se kao vezivno sredstvo dodaje paraplasi, čijim mešanjem se dobije smeša (S). Radi poboljšanja mehaničkih svojstava elementa (5), u smešu (S) se dodaju čelična vlakna (2.1) kako bi se formirala mešavina (M). Element (5) se sastoji od jezgra (J), koje je izrađeno od mešavine smeše (S) i čeličnih vlakana (2.1) i omotača (4) koji je izrađen od smeše (S) koju čini bazaltni prah (2.2) i paraplasi. Element (5) se potom može brusiti i polirati u cilju dobijanja željenih tolerancija i kvaliteta površine za finalnu industrijsku primenu.



RS 63186 B1

Област технике на коју се проналазак односи

Проналазак припада области хемије, обраде материјала и грађевинарства у ширем смислу, а односи се на завршне радове и обликоване керамичке производе карактеристичне по свом саставу и својствима у ужем смислу.

Према Међународној класификацији патената (МКП), ознака је:

C04B 35/76 - керамички производи који садрже влакна;

V28B 1/04 - производња обликованих предмета од материјала сабијањем или
набијањем;

E04F 15/12 -облагање подова, облоге за подове.

Технички проблем

Технички проблем који решава овај проналазак се састоји у следећем; којим поступком израдити елемент подне облоге, за унутрашње и спољашње поплочавање, како би се применом тако израђених елемената спречио крти лом истих, под истовременим дејством атмосферских услова, оптерећења и хабања.

Стање технике

Базалт је алуминосиликатна магматска стена, вулканског порекла. Својства која базалту омогућавају широку примену су: висока тврдоћа, хомогена грађа, мала густина, висока отпорност на притисак, изванредна изолаторна својства, добра отпорност на хабање и корозију, мало упијање воде, отпорност на дејство мраза, база и киселина, могућност добијања стакла и стакло-керамике од базалта применом различитих термичких третмана, као и ниска цена. Базалт нема токсична, канцерогена, мутагена и тератогена дејства, што

га сврстава у групу еколошких материјала. Због својих изузетних својстава, базалт је цењена сировина која се користи у грађевинарству, машиноградњи и прерађивачкој индустрији.

Својства базалтног материјала су најприближнија својствима керамичких материјала. Отпорност на крти лом и дуктилност је веома мала код базалта. Кртом лому не претходи пластична деформација, па упозорења пре лома нема, тако да се он дешава тренутно, што представља велики проблем за делове у експлоатацији. Када се формирају прслине, механичка својства и структура керамичких материјала системски неповратно деградирају, што угрожава интегритет како елемената и делова, тако и целе конструкције.

Може успешно да се прерађује у високо вредне производе поступцима топљења и ливења, као и поступцима пресовања и синтеровања. Базалт је постао адекватна замена за неке металне материјале отпорне на хабање попут нискоугљеничног челика, ливеног гвожђа, високолегираног манганског челика, као и оксидне керамике.

У патентној и непатентној документацији постоји више објављених докумената који се могу сматрати релевантним у односу на решење које ће овде бити приказано.

Најближе стање технике представљено је на сајту:

- <https://www.gradjevinarstvo.rs/tekstovi/1302/820/bazaltna-armatura-nerdjajuci-materijal-za-duze-trajanje-armiranobetonskih-konstr>.

где је први пут у градњи моста примењена арматура од композитних шипки израђених од базалтних влакана. Базалтне шипке су два пута отпорније на затезање од челичних шипки, док су истовремено четири пута лакше, а не кородирају.

- http://www.purtech.hr/to/arm_mreze.html.

где је представљена мрежа израђена од базалтних влакана на машинама са накнадном импрегнацијом. Примена мреже у грађевинарству је различита. Користи се као зидани и везивни материјал, за ојачавање хоризонталних спојева зиданих елемената, за повезивање слојева опеке, за ојачање подних естриха у различитим климатским условима и за ојачање гипсаног слоја зида.

Најближе стање технике у патентној литератури:

Постоје и производи који су ојачани правилно распоређеним металним влакнима у једном слоју, као што је представљено у пријави GB2212152 (A), где је стаклена или керамичка плоча ојачана влакнастим материјалом правилно распоређеним у средини плоче, оријентисаним дужином плоче и попречно на плочу.

Базалтни материјал је често у употреби у смешама малтера и материјала у праху. У патентној пријави DE102018113807, представљен је поступак израде подне облоге где је у завршној фази приказан слој малтера са базалтним влакнима. На грубо изливеном бетонском слоју нанета је баријера од влаге на коју је постављен термоизолациони слој, изолационе траке и на крају слој малтера са влакнима базалта. Као добре карактеристике слоја малтера са базалтним влакнима, наведено је смањено пуцање при сушењу пода, а сама подна облога одликује се високом чврстоћом, високом отпорношћу на хабање, отпорношћу на алкалије, високе и ниске температуре, као и влагу.

У патенту CN105800974 (B) представљен је композитни силикатни цемент који у себи, између осталог, садржи и базалт због његових карактеристика чврстоће. Захваљујући свом саставу, цементу је продужено време коагулације па се може применити при декорацији и причвршћивању плочица.

У пријави DE10122127 (A1), за водонепропусни слој се између осталог користи базалт у истој равни са гранитом.

у патенту DE3531772 (C2), базалт се користи у комбинацији са цементом ради поплочавања мањих површина као што су пијаце, школска дворишта и слично. Поплочана површина од базалтног бетона има исте механичке карактеристике, а спољна површина изгледа као природни камен.

Познати су производи ојачани стакленим или керамичким влакнима у којима су извршена распршивања делова неорганског влакнастог материјала по целој запремини производа. Тако на пример, у пријави патента JP603684 (A) приказан је стаклени или керамички блок са комадићима угљених или керамичких влакана распршеним целом дебљином блока.

У патентној пријави CN1 10423014 (A), базалт се користи за израду плоча. Плоча се припрема тако што се сецкани базалт меша са везивним средством, а смеша се подвргава притиску како би се формирала еколошка плоча. Плоча је хемијски отпорна, отпорна на високе температуре, пламен, отпорна је на зрачење, обезбеђује топлотну и звучну изолованост и слично.

Међутим, сва горе наведена решења не садрже поступак и ојачање базалта на начин који ће овде бити представљен.

Излагање суштине проналаска

Код керамичких материјала, развој је усмерен на повећање ломне жилавости, односно отпорности на нагло пропагирање прелине. Недостатак пластичне деформације, код производа од базалта, резултује стварањем микропрелина које нису видљиве голим оком, али могу проузроковати изненадни лом током експлоатације. С обзиром на то да се појава почетне прелине веже за керамичку матрицу, због њене високе тврдоће и кртости, ширење прелине може се спречити додавањем ојачивача као препреке за раст прелина. Ефикасност ојачавања код композитних материјала највећа је са влакнима.

Циљ овог проналаска је да се обезбеди погодан поступак за индустријску производњу елемената широке намене, а који може бити у облику цигле или плоче различитих геометријских облика у основи.

Следећи циљ је да се створи елемент који користи челична влакна за ојачање базалта, без проблема хомогеног мешања челичних влакана са базалтом.

На основу свега наведеног, суштина овог проналаска се односи на синтетисање новог композитног материјала на бази керамика-метал ојачаног влакнима, у циљу спречавања кртог лома у композитном материјалу са керамичком матрицом. Технолошки процес за добијање овог композитног материјала је металургија праха, док се као полазни материјали користе: базалтни прах, челична влакна и везивно средство као што је парапласт. Керамичка матрица од базалта је ојачана кратким насумично оријентисаним и равномерно распоређеним челичним влакнима.

Поступак израде се одвија у фазама:

- мешање смеше базалтног праха и парапласта, као и мешање смеше базалтног праха, парапласта и челичних влакана, фазно пуњење калупа, равнање и хладно пресовање на хидрауличној преси;
- након пресовања, испресак се вади из калупа и ставља у сушницу како би се течни део везива, парапласта, уклонио из испреска;
- потом се испресак синтерује, а за атмосферу синтеровања се користи инертни гас аргон;
- добијени елемент након синтеровања се потом може механички обрађивати, брусити и полирати, у циљу добијања жељених толеранција и квалитета површине, за индустријску примену.

Матрица од базалтног праха у композитном материјалу има следећу улогу:

- међусобно повезује челична влакна;
- делује као посредник који спољно оптерећење преноси и распоређује и на влакна, тако да мањи део оптерећења прима матрица;
- штити челична влакна од механичког оштећења и утицаја хемијске средине.

Ојачивач у виду челичних влакана у композитном материјалу има следећу улогу:

- утиче на велики пораст отпорности на раст прслине у композитном материјалу;
- доводи до пораста чврстоће при притиску, затезању, савијању и смицању;
- знатно отежава пропагирање прслине кроз композитни материјал;
- спречава појаву кртог лома.

Оба материјала, матрица и ојачивач, заједнички преносе напрезање све док се у матрици не појави прслина. Након тога, сва напрезања на месту прслине преузимају челична влакна. На макро нивоу, челична влакна инхибирају стварање и раст прслине, а након што микропрслина пређе у макропрслину, влакна обезбеђују механизам који смањује њихово нестабилно ширење и даје извор повећане чврстоће, жилавости и дуктилности.

Кратак опис слика нацрта

Проналазак је детаљно описан на примеру извођења приказаном на нацрту у коме:

Слика 1.1 - представља уздужни пресек калуца по фазама пуњења, подфаза I;

Слика 1.2 - представља уздужни пресек калуца по фазама пуњења, подфаза II;

Слика 1.3 - представља уздужни пресек калуца по фазама пуњења, подфаза III;

Слика 1.4 - представља уздужни пресек калуца по фазама пуњења, подфаза IV;

Слика 2 - представља аксонометријски приказ елемента влакнасто ојачаног композитног материјала на бази керамика-метал, са делимичним пресеком.

Слика 3 - представља детаљ „А“ са слике 2.

Детаљан опис проналаска

Као полазна сировина за добијање керамичке матрице коришћен је дробљени базалтни агрегат, димензије од 1 до 3 mm, из Републике Србије. Базалтни агрегат уситњен је у вибро млину са ахатном (SiO₂) куглом. Млевење једне шарже од 5 g трајало је 60 min, а димензије базалтног праха 2.2 после млевења су у опсегу од 1 до 20 μm. Базалтни прах 2.2 са овог локалитета има густину 2,6 g/cm³. Хемијски састав базалтног праха 2.2 са овог локалитета у процентима приказан је у табели 1.

Табела 1

Састав	SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	CaO	Na ₂ O	MgO	K ₂ O	TiO ₂
Узорак	58,21	18,97	6,66	5,63	3,94	2,86	2,79	0,95

Као везиво за базалтни прах 2.2, ради израде композитног материјала, коришћен је парапласт. Парапласт је додат у количини 1% тежинског удела у односу на базалтни прах 2.2, што одговара његовој насипној густини за наведену величину базалтног праха 2.2.

Базалтни прах 2.2 је потом помешан са везивом, парапластом, у керамичком авану са тучком. Површина авана и тучка је без глазури, како би се остварило боље мешање. Мешање базалтног праха 2.2 и парапласта врши се лагано у трајању од 10 min како би се добила смеша S.

Као ојачивач у композитном материјалу користи се метални материјал, односно челична влакна 2.1. Коришћена су кратка, глатка и равна челична влакна 2.1 дужине до 3 mm, а најповољније 3 mm. Кратка челична влакна 2.1 су добијена сечењем хладно вучене жице. Комерцијална жица, од које су настала челична влакна 2.1, произведена је према међународном стандарду ISO 17832. Челична влакна 2.1 су израђена од нелегираног челика високе чврстоће.

Испитивањем је утврђено да је најбоље равномерно дисперговање равних челичних влакана 2.1 у базалтни прах 2.2 постигнуто са челичним влакнима 2.1 дужине 3 mm и пречником од 0,25 mm због разлике у облику, величини и специфичној тежини материјала који се мешају. Друга препрека је била и сама дужина влакна 2.1. Наиме, да би се остварио жељени циљ — ојачан базалтни материјал — није се смело користити краће челично влакно 2.1, а код дужих влакана 2.1 је долазило до делимичног међусобног упетљавања.

Техничка спецификација коришћеног челичног влакна приказана је у табели 2.

Табела 2

Карактеристике	Челично влакно
Материјал	нелегирани челик високе чврстоће C82D
Пречник, D (mm)	0,25
Дужина, L (mm)	3
Фактор облика, L/D	12
Попречни пресек	кружни
Затезна чврстоћа, Rm (MPa)	≥ 2100
Густина, ρ (g/cm ³)	7,8

Поступак се одвија тако што се прво врши хомогенизација базалтног праха 2.2 и везива парапласта у смешу S за израду керамичке матрице у облику омотача 4.

Процесом се приступа попуњавањем калупа K са смешом S. У калуп K се поставља утискивач U_1 , а попуњавање калупа K се врши у четири подфазе, хронолошки, према следећем редоследу.

Прво се на дно калупа K, целом површином утискивача U_1 , ставља смеша S, тако да се равномерно прекрије површина утискивача U_1 до висине $d = 2 \text{ mm}$, а најповољније висине $d = 1 \text{ mm}$, а потом се уз помоћ утискивача U лагано притиска смеша S у калупу K како би се делимично уклонио ваздух из смеше S, а смеша S сабила и поравнала у слој 1.

Након вађења утискивача U из калупа K, равномерно се попуњава обод калупа K са смешом S, изнад претходно формираног слоја 1 смеше S. Обод сачињен од смеше S је слој 1.1 и треба да буде до висине $d_1 = 5 \text{ mm}$, а најповољније висине $d_1 = 4 \text{ mm}$. Слој 1.1 је максималне ширине $d_2 = 2 \text{ mm}$, а најповољније ширине $d_2 = 1,5 \text{ mm}$, зато што челична влакна 2.1 у подфази пресовања остају у оквиру језгра J.

Сад се приступа мешању смеше S са челичним влакнима 2.1. У керамички аван се поново ставља смеша S, а потом јој се додаје до 3%, а најповољније 2,5% челичних влакана 2.1 у односу на укупну запремину смеше S. Максимална количина челичних влакана 2.1 која може да се дода на 1 cm^3 смеше S износи 3% запреминског удела, јер већа количина челичних влакана 2.1 може да доведе до појаве прелина због велике концентрације истих.

Мешање се врши полако у керамичком авану у трајању од 3 min. Затим се новонастала мешавина M композитног материјала, смеше S и челичних влакана 2.1, уз помоћ металне шпатуле поставља у средиште калупа K изнад слоја 1, а између слоја 1.1 у висини d_1 слоја 1.1, при чему су влакна насумично оријентисана и равномерно распоређена у језгру J. Након тога се врши равнање, како би се делимично уклонио ваздух, и лагано сабијање утискивачем U ради формирања слоја 2. Услед сабијања утискивача U и присуства везива, парапласта, које је хомогено распоређено у смеси S, базалтни прах 2.2 и челична влакна 2.1 су међусобно чврсто спојени у језгру J.

Након формирања слоја 2, по целој површини слоја 2 се равномерно додаје смеша S до висине $d = 2 \text{ mm}$, а најповољније $d = 1 \text{ mm}$, а затим се лагано притиска утискивачем U у калупу K, како би се направила равна површина и уклонио ваздух из смеше S и формирао слој 3.

Припремљени материјал у калупу K, састављен из слојева 1, 2, 3, се затим хладно пресује на хидрауличној преси помоћу два утискивача U_1 , један утискивач U_1 држи слој 1, а други утискивач U_1 притиска слој 3. Пресовање је једноосно са притиском до 10 МПа, а најповољније 10 МПа.

Уколико би вредност притиска пресовања била већа од препорученог, након пресовања, дошло би до пуцања испреска. До појаве пуцања испреска долази услед растерећења влакана 2.1 и померања честица базалтног праха 2.2 које се налазе око влакана 2.1, као и у близини влакана 2.1. Након пресовања формиран је испресак који се састоји од језгра J и омотача 4 који су међусобно чврсто спојени.

Испресак се након пресовања вади из калупа K и ставља у сушницу. Сушење се врши на температури од $65 \text{ }^\circ\text{C}$ у трајању од 8 часова, како би се течни део парапласта уклонио из материјала који чини испресак. Уколико би температура сушења била мања од $65 \text{ }^\circ\text{C}$ не би дошло до испаравања парапласта, а ако би се смањило време сушења, течна фаза парапласта се не би могла уклонити из испреска.

Након сушења, испресак се поставља у тигл од алумине (Al_2O_3), а потом у електроотпорну пећ са контролисаном атмосфером. Као заштитна атмосфера током процеса синтеровања користи се инертни гас аргон, чистоће 99,999%. Синтеровање се врши на температури од $1060 \text{ }^\circ\text{C}$ у временском периоду од 60 min.

За процес синтеровања коришћена је заштитна атмосфера аргона чистоће 99,999% како не би дошло до оксидације челичних влакана. Да би се постигла најбоља механичка својства и најмања порозност узорка, синтеровање се врши на температури од $1060 \text{ }^\circ\text{C}$ у времену од 60 min.

Брзина загревања од собне температуре до температуре синтеровања је 10 °C/min, док је брзина хлађења од температуре синтеровања до собне температуре условљена хлађењем пећи. Након хлађења електроотпорне пећи, вади се узорак у виду елемента 5, односно композитни материјал на бази керамика-метал који може бити у облику цигле или плоче различитих геометријских облика у основи. Елемент 5 се потом може брусити и полирати у циљу добијања жељених толеранција и квалитета површине за даљу индустријску примену.

Начин индустријске или друге примене проналаска

Композитни материјал на бази керамика-метал ојачан влакнима може да се примени у различитим гранама индустрије, на местима где се очекује истовремено дејство спољашњег оптерећења и хабања материјала, а као пример може бити елемент 5 за: поплочавање путева, тргова, плочника, као и унутрашње подне облоге и подлоге за тешке машине.

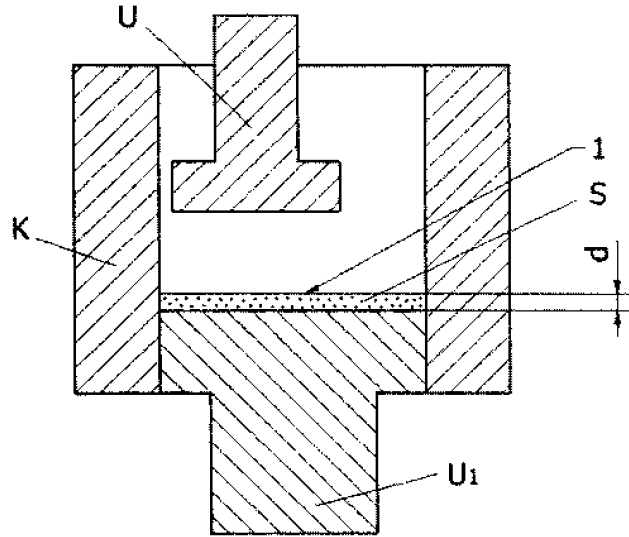
Патентни захтеви

1. Поступак израде елемената подних облога за унутрашње и спољашње поплочавање, који почиње млевењем дробљеног базалтног агрегата димензија од 1 mm до 3 mm, чиме се добија базалтни прах 2.2 у који се додаје везивни материјал парапласт, што се у један део мешавине базалта и парапласта додају челична влакна 2.1, **назначен тиме**, што је базалтни прах (2.2), величине од 1 μm до 20 μm , што се у базалтни прах (2.2) додаје парапласт у количини 1% тежинског удела; што се у трајању од 10 min врши мешање базалтног праха (2.2) и парапласта, у керамичком авану са тучком чије су површине без глазури, у циљу добија смеше (S); што се на дно калупа (K), преко утискивача (U_1), равномерно постави смеша (S) и формира слој (1) до висине (d)= 2 mm, а најповољније висине (d)= 1 mm; што се врши лагано притискање слоја (1) утискивачем (U) у калупу (K), како би се из слоја (1) делимично одстриано ваздух, а слој (1) сабио и поравнао; што се након вађења утискивача (U) из калупа (K) по ободу калупа (K) ставља смеша (S) формирајући слој (1.1) до висине (d_1)= 5 mm, а најповољније висине (d_1)= 4 mm; што је слој (1.1) максималне ширине (d_2)= 2 mm, а најповољније ширине (d_2) = 1,5 mm; што се у смешу (S), у односу на укупну запремину смеше (S), додаје до 3%, а најповољније 2,5% челичних влакана (2.1), а смеша композитног материјала у керамичком авану меша се 3 min формирајући мешавину (M) композитног материјала, ради најбољег дисперговања влакана (2.1) у смеси (S); што се у средину калупа (K) изнад слоја (1), а између слоја (1.1) ставља мешавина (M) у висини (d_1) слоја (1.1) и формира језгро (J); што се утискивачем (U) врши лагано притискање слоја (1.1) и слоја мешавине (M), у висини слоја (1.1) ради делимичног уклањања ваздуха и равнања како би се формирао слој (2); што се изнад слоја (2) ставља смеша (S) до висине (d) = 2 mm, а најповољније висине (d) = 1 mm; што се утискивачем (U) врши равнање смеше (S) како би се формирала равна површина и уклонио ваздух и формирао слој (3); што се слојеви (1, 2, 3) у тако припремљеном калупу (K) помоћу два утискивача (U_1) хладно пресују под притиском до 10 MPa, а најповољније 10 MPa; што је након пресовања формиран испресак, који се састоји од језгра (J) и омотача (4), који се након вађења из калупа (K) ставља у сушницу,

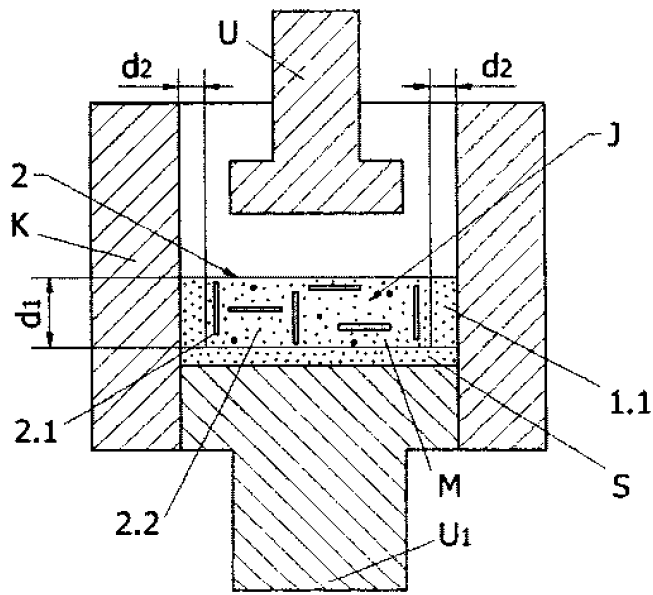
а процес сушења се одвија на температури од 65 °C у трајању од 8 сати, како би се из испреска уклонио течни део парапласта; што се процес синтеровања осушеног испреска одвија на температури од 1060 °C у временском периоду од 60 min у инертној атмосфери аргона, чистоће 99,999%, при брзини загревања од 10 °C/min; што се процес хлађења испреска одвија у пећи, при брзини хлађења саме пећи; што се након хлађења пећи из пећи вади готов елемент (5), који представља композитни материјал на бази керамика-метал који је погодан за даљу механичку обраду.

2. Елемент подне облоге, **назначен тиме**, се састоји од језгра (J), за ојачање, у којем су базалтни прах (2.2) и челична влакна (2.1) међусобно чврсто спојени, што су челична влакна (2.1) у језгру (J) равномерно распоређена и насумично оријентисана и што је око језгра (J), за језгро (J) чврсто спојен омотач (4) од смеше (S).
3. Елемент подне облоге, према захтеву 2, **назначен тиме**, што се омотач (4) састоји од слојева (1, 1.1, 3) који су међусобно чврсто спојени.
4. Елемент подне облоге према захтеву 2, 3, **назначен тиме**, што су влакна (2.1) глатка и равна, што је дужина челичних влакана (2.1) до 3 mm, а најповољније 3 mm, и што је пречник челичних влакана (2.1) 0,25 mm.

1/3

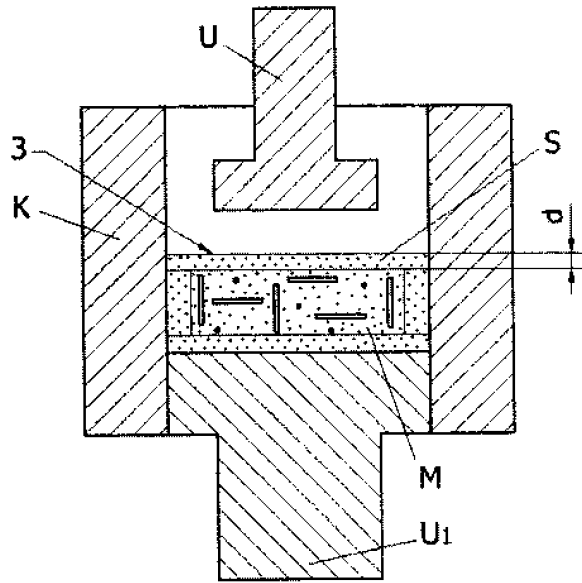


Сл. 1.1

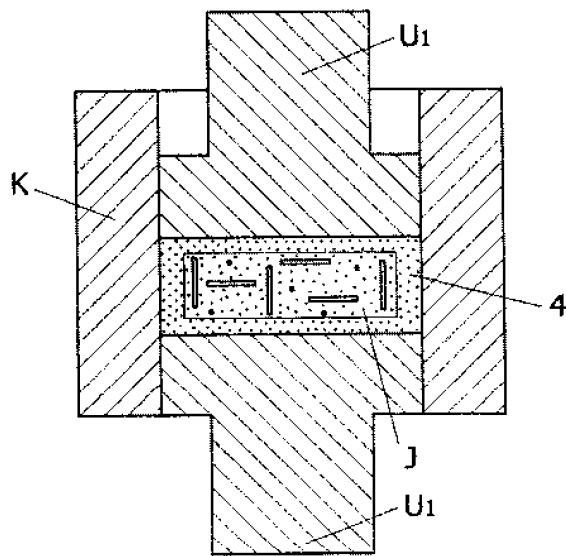


Сл. 1.2

2/3

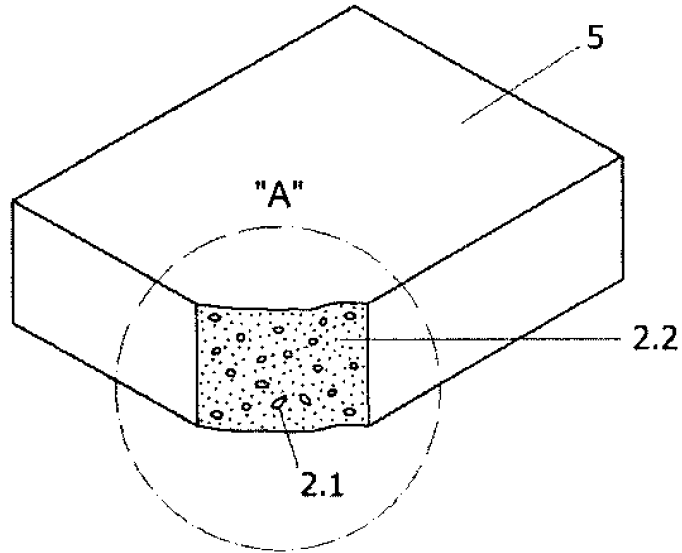


Сл. 1.3

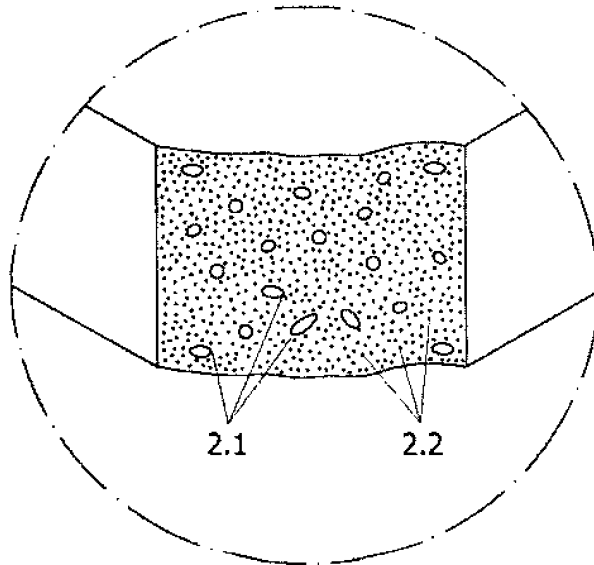


Сл. 1.4

3/3



Сл. 2



Сл. 3