



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 01019**

(22) Data de depozit: **24.12.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.01.2011** BOPI nr. 1/2011

(41) Data publicării cererii:
30.07.2010 BOPI nr. 7/2010

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
ELECTROCHIMIE ȘI MATERIE
CONDENSATĂ,
STR. DR. AUREL PĂUNESCU PODEANU,
NR. 144, TIMIȘOARA, TM, RO**

(72) Inventatori:
• **NIȚU MARIAN, STR. POPA ȘAPCĂ,
NR. 32, BL. A12, AP. 5, TIMIȘOARA, TM,
RO;**

• **GROZESCU IOAN, GHIRODA, NR. 160,
GHIRODA, TM, RO;**
• **LAZAU CARMEN, STR. AEROPORT,
NR. 9, TIMIȘOARA, TM, RO;**
• **DABICI ANAMARIA, GHIRODA, NR. 160,
GHIRODA, TM, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
CBI a 2007 00101 A2; DE 10050315 A1

(54) **SISTEM DE ETANȘARE A AUTOCLAVEI PENTRU
PRODUCEREA MATERIALELOR NANOCRISTALINE PRIN
METODA HIDROTERMALĂ ÎN CÂMP DE ULTRASUNETE
CU SONOTRODĂ IMERSATĂ**



1 Invenția se referă la un sistem de etanșare a instalației de obținere a nanocristalelor
prin metoda hidrotermală, în câmp de ultrasunete, cu sonotrodă imersată, de tip cilindric, în
3 trepte.

 Producția de nanomateriale, pure sau dopate, a luat un avânt deosebit în ultimii ani,
5 datorită proprietăților speciale ale acestora și a gamei extrem de largi de aplicații. Una dintre
metodele devenite clasice este metoda de sinteză hidrotermală a nanocristalelor, prin care
7 soluția de creștere este închisă ermetic într-o incintă numită "autoclavă", iar sinteza are loc
la presiuni și temperaturi mari.

 În timp, au apărut diferite îmbunătățiri ale acestei metode, de exemplu, prin creșterea
9 nanocristalelor prin metoda hidrotermală asistată ultraacustic. În acest sens, materialul
precursor din soluția de creștere este bombardat, în timpul încălzirii, cu ultrasunete. Efectele
11 induse de ultrasunete, cavitația și microjeturile din fluid aduc anumite avantaje, cum ar fi
reducerea semnificativă a timpilor de cristalizare și reducerea dispersiei dimensionale a
13 particulelor obținute. În procedeele clasice, câmpul ultrasonic este aplicat din exterior, prin
pereții autoclavei, de regulă, prin capacul inferior, dar are dezavantajul că necesită niveluri
15 ridicate de putere ultrasonoră aplicată, datorită absorbției energiei sonore de către pereții
vasului, care sunt confecționați din teflon. O metodă nouă (cerere brevet **RO 200700101**)
17 constă în folosirea unei sonotrode imersate, în sensul că energia ultrasonoră este aplicată
direct soluției de creștere, prin intermediul unei sonotrode care traversează capacul auto-
19 clavei. Avantajul este că energia ultrasonoră este aplicată direct soluției, iar randamentele
sunt net superioare, puterea necesară fiind cu circa un ordin de mărime mai mică decât la
21 ultrasonarea prin pereții vasului. Microjeturile din fluid sunt net delimitate de conturul părții
frontale imersate a sonotrodei, ceea ce conduce la formarea unor curenți asemănători celor
23 de convecție, care ajută la o bună amestecare și omogenizare a soluției, la alimentarea
grăunților cu nutrient și la eliminarea gradientilor termici. Sonotroda folosită până acum este
25 de tip cilindric, iar etanșarea între capacul autoclavei și sonotrodă se realizează în dreptul
unui nod de oscilații, prin intermediul unei garnituri de tipul O-ring, ca în fig. 1, în care este
27 reprezentată schematic etanșarea clasică tip arbore-lagăr, unde: 1 - capac autoclavă; 2 -
sonotrodă; 3 - garnitură etanșare.

 Sistemul de etanșare a instalației de obținere a nanocristalelor prin metoda
31 hidrotermală, menționat, necesită o prelucrare mecanică de înaltă precizie, cu toleranțe de
prelucrare a componentelor de ordinul a 0,01...0,03 mm și rugozități mici, ceea ce mărește
33 inutil costurile de realizare a instalației, în condițiile în care materialele utilizate pentru
realizarea sonotrodei sunt greu de prelucrat (oțeluri refractare, titan, sticlă, ceramică etc.).
35 În plus, la fiecare operațiune de închidere-deschidere a autoclavei, este necesară scoaterea
inelului de etanșare de pe sonotrodă, ceea ce duce la uzura acestuia și compromiterea sa
37 după 3-4 cicluri, respectiv, la neetanșeități, scăpări de substanțe corosive sau toxice în
laborator.

 Sistemul de etanșare menționat, din cererea de brevet **RO 200700101**, mai prezintă
și alte dezavantaje constând în aceea că:

41 - pentru a fi eficiente, aceste tipuri de etanșări (arbore-lagăr) cer precizii de prelucrare
mecanică ridicate, cu toleranțe de prelucrare a componentelor de ordinul a 0,01...0,03 mm,
43 și rugozități mici, ceea ce mărește inutil costurile de realizare a instalației. Problema este cu
atât mai acută cu cât se pot folosi pentru sonotrodă materiale mai greu de prelucrat, de
45 exemplu, oțeluri refractare, titan, sticlă, ceramică etc.;

 - presiunea generată de încălzirea soluției de creștere la 150...250°C este de ordinul
47 zecilor de atmosfere, iar forțele aplicate asupra sonotrodei pot ajunge la sute de kgf și pot
să o expulzeze din autoclavă; aceasta presupune ca ansamblul autoclavă-sonotrodă să fie
49 rigidizat prin intermediul unor juguri metalice sau prin alt sistem mecanic, care să împiedice
deplasarea sonotrodei;

- la fiecare operațiune de închidere-deschidere a autoclavei, este necesară scoaterea inelului de etanșare de pe sonotrodă, ceea ce duce la uzura acestuia și compromiterea sa după 3-4 cicluri, respectiv, la neetanșeități, scăpări de substanțe corosive sau toxice în laborator etc.;	1
- odată cu creșterea presiunii, riscul de scăpări crește, datorită deformării garniturii de cauciuc.	3
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția propusă constă în realizarea unei alcătuirii a sistemului de etanșare a instalației de obținere a nanocristalelor prin metoda hidro-termală, cu sonotrodă de tip cilindric, în trepte, imersată, astfel încât să utilizeze pentru etanșare presiunea din interiorul autoclavei și să elimine în acest mod costurile implicate de necesitatea unei execuții de precizie a sistemului de etanșare menționat.	5
Sistemul de etanșare a instalației de obținere a nanocristalelor prin metoda hidro-termală, în câmp de ultrasunete, cu sonotrodă de tip cilindric în trepte imersată, conform invenției, rezolvă această problemă tehnică prin aceea că sonotroda este astfel confecționată încât să fie cu partea cu diametrul mai mare în interiorul autoclavei, iar cea cu diametrul mai mic în exterior, iar pentru sistemul de etanșare conform invenției, comparativ cu sistemul de etanșare descris în cererea de brevet RO 200700101 , se realizează tot prin intermediul unui inel de cauciuc (de exemplu, Viton), de tipul O-ring, însă etanșarea se realizează între partea inferioară a capacului din teflon al autoclavei și o treaptă de mărire a diametrului sonotrodei, trecută cu partea de diametru mai mic prin capacul din metal și, respectiv, din teflon, al autoclavei, astfel încât să preseze inelul de etanșare între cele două suprafețe, sonotroda fiind apoi înșurubată într-un prelungitor cu ansamblu traductor piezoceramic-concentrator de ultrasunete, fixat într-o suprafață de fixare a unui suport, poziționată într-un nod de oscilații sonore.	7
În altă variantă îmbunătățită se poate prelucra sonotroda astfel încât cele două diametre să fie racordate printr-o zonă rotunjită, cu raza de racordare corespunzând grosimii O-ring-ului, iar în capacul autoclavei se poate executa un lamaj în care intră garnitura.	9
Etanșarea este asigurată inițial doar de greutatea autoclavei, care presează garnitura. Schimbarea de diametru, respectiv, plasarea garniturii de etanșare și trecerea prin capacul autoclavei se realizează în dreptul unui nod de oscilații, unde amplitudinea oscilațiilor ultraacustice este minimă.	11
Avantajele invenției constau în aceea că:	13
- nu mai este necesară o precizie ridicată de prelucrare a diametrului exterior al sonotrodei, respectiv, a diametrului interior al găurii din capacul autoclavei, etanșarea realizându-se între zona de trecere de la un diametru la altul al sonotrodei și fața inferioară a capacului autoclavei;	15
- odată cu creșterea presiunii, etanșarea este din ce în ce mai bună (autoetanșare), forța de presiune generată rigidizând ansamblul și comprimând garnitura, în loc să tindă să arunce sonotroda afară din autoclavă;	17
- nu mai este necesar niciun sistem mecanic care să preia forțele importante care apar, acestea fiind preluate de corpul metalic exterior și capacul autoclavei, fiind suficientă suspendarea ansamblului sonotrodă-autoclavă de un sistem rigid, care să-i susțină greutatea;	19
- simplificarea sistemului mecanic, ceea ce conduce la manipularea facilă a ansamblului, deschiderea/închiderea autoclavei făcându-se simplu, prin deșurubarea capacului metalic, fără a mai implica manevra altor componente complexe;	21
- întregul ansamblu, fiind ușor și manevrabil, se poate scoate din cuptorul de încălzire și imersa într-o baie de răcire, micșorând semnificativ timpul de procesare într-un ciclu de cristalizare;	23

1 - în momentul inițial, când temperatura este mică, etanșarea este asigurată doar de
greutatea autoclavei, care presează pe garnitură, ceea ce înseamnă că autoclava se poate
3 mișca lejer sus-jos sau se poate roti în raport cu sonotroda, după încălzire, odată cu
creșterea presiunii, sistemul devenind rigid, cele două componente nemaiputându-se mișca
5 una față de cealaltă, abia după răcirea care scade presiunea din incintă la nivelul celei
atmosferice, autoclava putând fi din nou mișcată în raport cu sonotroda, ceea ce ajută mult
7 la stabilirea momentului când se poate deschide autoclava fără riscul împrășcării cu lichide
corosive sau toxice.

9 Inventția este prezentată în continuare printr-un exemplu de realizare în legătură și
cu fig. 1 și 2, ce reprezintă:

11 - fig. 1, secțiune longitudinală prin sistemul cunoscut de etanșare a autoclavei, pentru
producerea materialelor nanocristaline prin metoda hidrotermală, în câmp de ultrasunete cu
13 sonotrodă imersată;

15 - fig. 2, secțiune longitudinală prin sistemul conform invenției, de etanșare a
autoclavei pentru producerea materialelor nanocristaline prin metoda hidrotermală, în câmp
de ultrasunete cu sonotrodă imersată.

17 Conform invenției, sistemul de etanșare a autoclavei pentru producerea materialelor
nanocristaline prin metoda hidrotermală, în câmp de ultrasunete, cu sonotrodă imersată, se
19 compune din:

21 - ansamblu: traductor piezoceramic-concentrator tronconic de ultrasunete 1, o
sonotrodă 2 imersată, de tip cilindric în trepte, inel de etanșare 3, din cauciuc termorezistent
(VITON), plasat într-un nod de oscilații, un capac 4 metalic al autoclavei, înșurubat pe corpul
23 metalic 5 al autoclavei, un capac 6 din teflon al autoclavei și un corp 7 din teflon al
autoclavei, în care este introdus mediul 8 de creștere a nanocristalelor. Suprafața de fixare
25 9, pe un suport, a ansamblului traductor piezoceramic-sonotrodă-autoclavă, este stabilită a
fi într-un nod de oscilații 10 prelungitor.

27 Sonotroda 2 este înfiletată într-un prelungitor 10 în $\lambda/2$. Totodată, în zona de trecere
(nod de vibrații), se realizează suspendarea întregului ansamblu de un suport. Autoclava
29 este introdusă într-un cuptor cu încălzire electrică rezistivă, nefigurat. Găurile din capacele
4 și 6 sunt puțin mai mari decât diametrul mic al sonotrodei 2, astfel încât autoclava se poate
31 deplasa ușor față de sonotroda 2, când nu există presiune.

33 Sub acțiunea greutății autoclavei, există o preetanșare a sistemului. Odată cu crește-
rea temperaturii și presiunii, etanșarea se îmbunătățește, sonotroda 2 fiind constrânsă să se
deplaseze în sus, comprimând garnitura-inel 3 și rigidizând ansamblul. Suprafața interioară
35 a capacului 6 din teflon este împinsă și antrenează capacul 6 spre pereții corpului 7 din
teflon, ai autoclavei, realizând etanșarea și în această zonă.

37 După răcire, autoclava se poate deschide ușor, prin simpla deșurubare a capacului
metalic 4 de pe corpul 5 metalic al autoclavei, iar capacul de teflon 6 iese alunecător din
39 corpul interior 7 din teflon, al autoclavei, conform fig. 2. Etanșarea între capacul 6 și corpul
7 este de tip clasic, binecunoscut.

41 În altă variantă îmbunătățită, se poate prelucra sonotroda 2, astfel încât cele două
diametre să fie racordate printr-o zonă rotunjită, cu raza de racordare corespunzând grosimii
43 O-ring-ului, iar în capacul autoclavei se poate executa un lamaj în care intră garnitura inelară
de etanșare 3.

	1
Sistem de etanșare a autoclavei de producere hidrotermală a materialelor nano-	3
cristaline cu sonotrodă imersată, de tip cilindric, în trepte, folosind un inel de etanșare (3),	
caracterizat prin aceea că este format dintr-o treaptă de mărire a diametrului sonotrodei (2),	5
trecută cu partea de diametru mai mic prin niște capace (4, 6) din metal și, respectiv, din	
teflon ale autoclavei cu corp (5, 7) din metal și, respectiv, din teflon, și inelul de etanșare (3)	7
dispus între suprafața acestei trepte de mărire a diametrului sonotrodei și partea inferioară	
a capacului (6) din teflon a autoclavei instalației, sonotroda (2) fiind apoi înșurubată într-un	9
prelungitor (10) cu ansamblu traductor piezoceramic-concentrator de ultrasunete (1), fixat	
într-o suprafață de fixare (9) a unui suport, poziționată într-un nod de oscilații sonore.	11

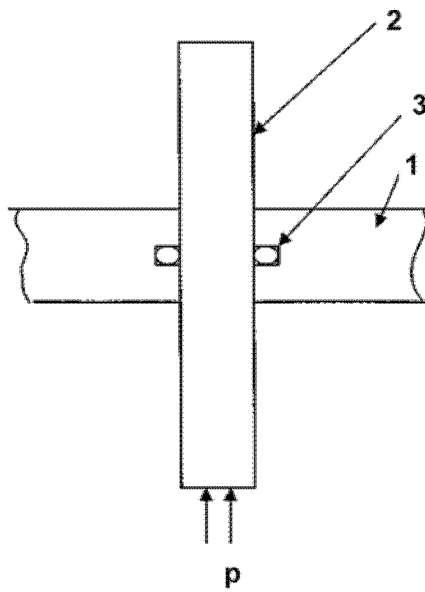


Fig. 1

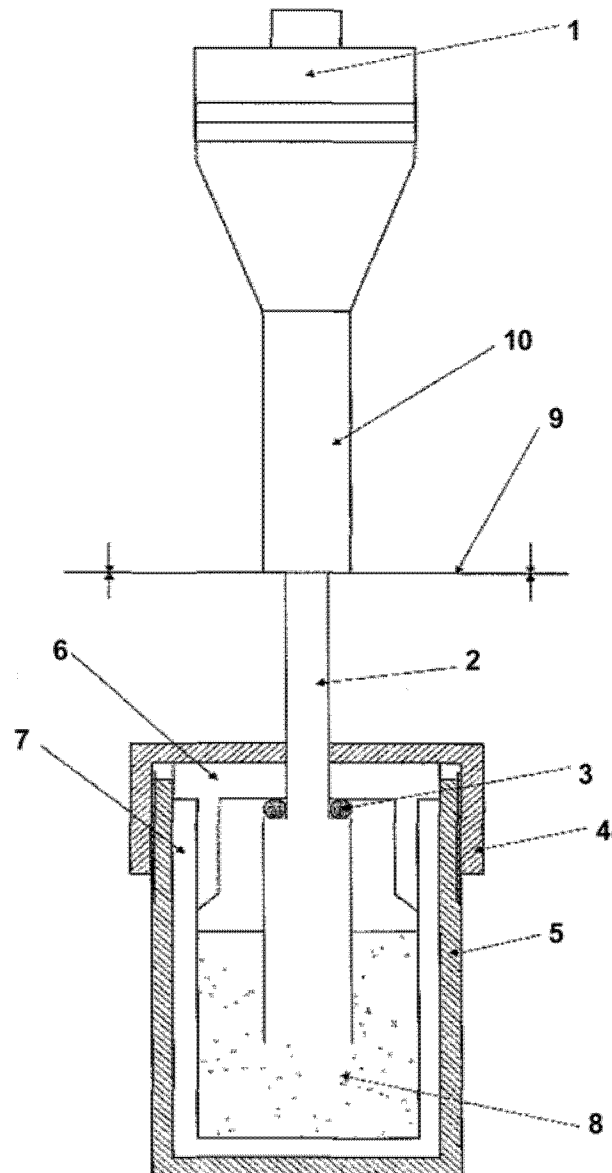


Fig. 2

