



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 00144**

(22) Data de depozit: **29/02/2016**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29/11/2019** BOPI nr. **11/2019**

(41) Data publicării cererii:
30/08/2017 BOPI nr. **8/2017**

(73) Titular:

- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM, SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE DEZVOLTARE PENTRU ELECTROCHIMIE ȘI MATERIE CONDENSATĂ-INCERC TIMIȘOARA, STR. DR.PĂUNESCU-PODEANU NR.144, TIMIȘOARA, TM, RO;**
- **ACADEMIA TEHNICĂ MILITARĂ, BD. GEORGE COȘBUC NR. 39-49, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:

- **SÂRBU ANDREI, STR.VALEA OLTULUI NR.16, BL.A 28, SC.C, ET.2, AP.37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **IORDACHE TANȚA-VERONA, ALEEA CETĂȚUIA NR. 4, BL. M22, SC. 7, AP. 391, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **FLOREA ANA MIHAELA, STR. GRIVIȚEI NR. 4, BL. 2, AP. 1, SC. A, PARTER, BĂILE GOVORA, VL, RO;**

- **APOSTOL STELUȚA, STR.NOVACI NR.10, BL.P 60, SC.4, AP.92, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **SANDU TEODOR, STR. PARÂNGULUI NR. 43A, ET. 1, AP. 4, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **LĂZĂU CARMEN, STR.AEROPORT NR.1, SC.A, AP.13, TIMIȘOARA, TM, RO;**
- **BANDAS CORNELIA ELENA, STR. TRANSILVANIA, NR.5, AP. 19, TIMIȘOARA, TM, RO;**
- **ORHA CORINA ILEANA, STR. CONSTANTIN BRÂNCOVEANU, BL.52A, SC.A, ET.4, AP.13, TIMIȘOARA, TM, RO;**
- **ROTARIU TRAIAN, STR. POLITEHNICII NR. 4, BL. 1, SC. 7, ET. 4, AP. 79, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
- **VOICU ELENA- ANDREEA, STR.COPĂCELU NR.47, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;**
- **RADU ANITA LAURA, INTRAREA CUCURUZULUI NR. 20, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 2007/0059211 A1; US 2003/0027936 A1

(54) **FILME IMPRENTATE MOLECULAR CU TRINITROTOULEN PRIN METODA SOL-GEL, ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTORA**



Prezenta invenție se referă la filme imprimante molecular cu trinitrotoluen cu aplicații în domeniul detecției prezenței explozivilor în aer și la un procedeu pentru obținerea acestora. În literatura de specialitate se descriu 2 tipuri principale de filme sol-gel imprimante molecular cu trinitrotoluen (TNT): unele obținute prin metoda covalentă și altele obținute prin metoda necovalentă.

Astfel, în referința **Natalie R. Walker, Matthew J. Linman, Margaret M. Timmers, Stacey L. Dean, Colleen M. Burkett, Julie A. Lloyd, Joel D. Keelor, Brandi M. Baughman, Paul L. Edmiston, "Selective detection of gas-phase TNT by integrated optical waveguide spectrometry using molecularly imprinted sol-gel sensing films", Analytica Chimica Acta 593 (2007) 82-91**, se descrie obținerea de filme imprimante molecular prin sol-gel, prin metoda covalentă, în care se folosesc ca materii prime: bis(trimetoxisililetil)benzen (BTEB) și 2-(trimetoxisililetil) piridina (TMSEPy) (pentru matrice), iar ca moleculă țintă (template) se utilizează monomerii obținuți prin reacția 3-isocianatopropiltrimetoxisilanului sau 3-isocianatopropiltriethoxisilanului cu 3,5-dinitrobenzil alcool, 4-metil-3,5-dinitrobenzil alcool, sau 5-nitro-m-xilen α - α' -diol. În referința **Paul L. Edmiston, Daniel P. Campbell, David S. Gottfried, Jessi Baughman, Margaret M. Timmers, "Detection of vapor phase trinitrotoluene in the parts-per-trillion range using waveguide interferometry", Sensors and Actuators B 143 (2010) 574-582**, metoda de imprimare covalentă folosește ca materii prime Bis(trimetoxietil) benzen (BTMB), bis(triethoxisilil)benzen (BTEB), 2-(trimetoxisililetil) piridina (TMSEPy), bis(trimetoxisilil)hexan (BTMH), metiltriethoxisilan (MTES), poli(2,2,3,4,4,4-hexafluorobutil acrilate) (polyHFBA) și 1,8-diazobiciclo [5.4.0]undec-7-ena (DBU) pentru matrice, iar ca templat se utilizează monomerul obținut prin reacția 3-isocianatopropiltrimetoxisilanului cu 3,5-dinitrobenzil alcool. Dezavantajele acestor metode constau în aceea că se folosesc derivați de siliciu cu structură foarte complicată și, prin urmare, foarte scumpi, iar monomerii nu sunt produse comerciale, fiind necesară sinteza lor, ceea ce scumpește și mai mult produsul. În plus, pentru obținerea cavităților imprimante molecular, este necesară derivatizarea polimerului obținut inițial prin sol-gel și distrugerea legăturii covalente dintre silan și compusul nitroaromatic, utilizând proceduri complicate și reactivi scumpi, cum ar fi iodotrimetilsilanul.

O variantă a acestei metode este descrisă în brevetul **US 20070059211 A1**, în care matricea este formată în principal dintr-un derivat amidic de triethoxisilan legat reversibil cu un produs având grupe similare cu TNT. Ulterior, aceste grupări sunt îndepărtate din polimerul sol-gel. Dezavantajul acestei metode este că și în acest caz se folosesc silani greu de sintetizat, și deci scumpi, iar ruperea legăturii cu templatul surogat se face utilizând proceduri complicate și reactivi scumpi, cum ar fi iodotrimetil silanul.

În referința **Gioia Della Giustina, Agnese Sonato, Enrico Gazzola, Gianluca Ruffato, Simone Brusa, Filippo Romanato, SPR Enhanced molecular imprinted sol-gel film: A promising tool for gas-phase TNT detection Materials Letters 162 (2016) 44-47**, se descrie imprimarea moleculară a TNT prin sol-gel, prin metoda necovalentă. Precursorii au fost tetrametoxisilan (TMOS), aminopropiltriethoxisilan (APTES) și mercaptopropiltrimetoxisilan (MPTMS). Acești 3 xilani au fost amestecați cu etanol la un raport molar de 1:1:0,1:5 și au reacționat în condiții bazice [(TMOS+ APTES+ MPTMS):NaOH= 1:0,002] timp de 30 min, la temperatura camerei. După prepararea unei soluții 0,1 M de TNT în acetonitril, aceasta a fost adăugată la sistemul sol-gel, la un raport molar TNT:APTES = 1:10 M, iar solul obținut a fost lăsat să reacționeze încă 2 h. În final, s-a adăugat încă o cantitate de etanol. După depunerea prin spin-coating și maturare, TNT a fost extras cu o soluție alcoolică (metanol sau etanol), acidă având raportul alcool:acid acetic = 9:1.

În referința **Ellen Holthoff și Dimitra Stratis-Cullum "A Nanosensor for Explosives Detection Based on Molecularly Imprinted Polymers (MIPs) and Surfaced-enhanced Raman Scattering (SERS)"**, **ARL-TR-5092 March 2010**, solul a fost preparat prin amestecarea metiltrietoxisilanului (C1-TriEOS) cu 3-mercaptopropiltrimetoxisilan (MPTMS), 3-aminopropiltriethoxisilan (APTES), etanol (EtOH) și HCl (1 M). Acești compuși au fost combinați simultan la temperatura camerei și apoi totul s-a amestecat timp de 30 min. Ca templat s-a folosit o soluție 6×10^{-3} M de TNT în acetonitril și s-au mai amestecat timp de 30 min. Extracția TNT s-a realizat cu o soluție EtOH:acetonitril:acid acetic 8:2:1 (vol). În referința **Ellen L. Holthoff , Dimitra N. Stratis-Cullum and Mikella E. Hankus, "A Nanosensor for TNT Detection Based on Molecularly Imprinted Polymers and Surface Enhanced Raman Scattering"**, **Sensors (2011), 11, 2700-2714**, este descrisă o variantă a metodei din referința anterioară în care sunt schimbați o serie de parametri, cum ar fi concentrația soluției templat de TNT: 4×10^{-4} M în acetonitril. Dezavantajul acestor metode este că se utilizează o serie de amestecuri complexe de silani, dintre care unii scumpi, cum ar fi mercaptopropil-trimetoxisilan (MPTMS), iar legăturile necovalente între APTES și TNT sunt prea puternice, ceea ce îngreunează extracția TNT și impune folosirea unor amestecuri de solvenți, ceea ce, la rândul său, îngreunează recuperarea lor.

În brevetul **US 6872786 B2** se descrie producerea unui film imprimat molecular, pentru detecția TNT din fluide, obținut prin polimerizarea unui derivat de stiren în prezență de porfirină și în prezența unui reticulant, divinilbenzen, cu inițiere cu AIBN, urmată de silanizarea cu o soluție de trimetoxisilan în toluen. Filmul este depus pe substrat de alumina sau de cristale de cuarț. Metoda are dezavantajul unui sistem de reacție foarte complicat, ceea ce mărește foarte mult costurile.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor filme polimerice aderente la substratul de TiO_2 și cu caracteristici adecvate pentru realizarea de biosenzori pentru detectarea de TNT în aer.

Procedeele conform invenției înlătură dezavantajele procedeelelor menționate anterior prin aceea că silanul: N(2-aminoetil)-3-aminopropil trimetoxisilan (DAMO-T) sau N(2-aminoetil)-3-aminopropil metildimetoxisilan (1141 D) se amestecă cu TNT și etanol p.a., astfel încât raportul masic dintre silan și TNT să fie de 8...12:1, și raportul masic etanol:silan să fie de 4...6:1, iar soluția obținută (soluție A) se amestecă cu o soluție apoasă de hidroxid de amoniu (soluție B) preparată prin amestecarea unei soluții concentrate de amoniac (25%) cu apă distilată, în raport masic de 0,9...1,1:1, raportul masic dintre soluția B și etanolul din soluția A fiind de 0,8...1,2:1, soluția nou obținută se amestecă pentru omogenizare și hidroliză, timp de 1,5...2,5 h la temperatura camerei (circa 22°C), după care din soluție se depun filme prin turnare direct pe suportul conținând un film de TiO_2 și se lasă la maturat pentru policondensarea solilor (regim de maturare: 40...52 h la temperatura camerei și încă 40...52 h la 40...50°C), iar suportul cu filmul sol-gel se introduce într-un vas conținând etanol, la un raport masic între etanol și film de 20...50:1, unde se lasă sub agitare mecanică timp de 3...5 h sau sub acțiunea ultrasunetelor timp de 1...2 h pentru extracția templatului, se scoate suportul cu film din vasul cu etanol și se lasă la uscat în aer la temperatura camerei timp de 20...30 h, obținându-se filme sol-gel imprimate molecular cu TNT, depuse pe suport de TiO_2 , cu o foarte bună aderență la suport și cu un factor de imprimare de 2,0...3,5, corespunzătoare utilizării în domeniul detectării TNT din aer.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- utilizează metoda de imprimare necovalentă, ceea ce facilitează extracția templatului și formarea siturilor de recunoaștere moleculară;
- utilizează un singur silan, ceea ce simplifică procesul de formare a matricei filmului;

RO 132118 B1

- 1 - extracția templatului este simplificată deoarece se utilizează un singur solvent;
2 - se poate recupera ușor solventul de extracție deoarece nu se folosesc amestecuri
3 de solvenți;
4 - are un consum energetic redus, prin aceea că solubilizările și polimerizarea
5 reticulantă se fac la temperatura camerei, cu excepția maturării finale care se face la o
temperatură maximă de 50°C;
7 - permite dirijarea porozității, a proprietăților de recunoaștere moleculară și a
proprietăților fizico-mecanice, prin alegerea corespunzătoare a silanului și a parametrilor de
9 lucru;
10 - prezintă un pericol redus asupra sănătății salariaților și asupra mediului înconjurător,
11 deoarece singurul subprodus este soluția alcoolică de TNT de la extracție, care se trimite la
recuperarea solventului;
13 - nu necesită condiții speciale de păstrare, filmele putând fi folosite ca atare la
detectia explozibililor din aer.

15 Invenția utilizează metoda de imprimare moleculară necovalentă, în care matricea
este formată dintr-un singur silan, relativ ieftin, templatul TNT fiind introdus de la început în
17 compoziția sol-gel, și, după maturarea gelului, extracția TNT se face cu un singur solvent
(etanol), într-un vas cu agitare mecanică sau cu ultrasunare, ceea ce permite obținerea unui
19 film aderent la substratul de TiO_2 și cu caracteristici adecvate pentru realizarea de biosenzori
pentru detectarea TNT din aer.

21 Se dau, în continuare, 6 exemple de realizare a invenției:

Exemplul 1

23 Într-un pahar Berzelius de 50 mL se introduc 1 g DEMO-T, 5 mL (circa 4 g)
etanol p.a. și 0,125 g TNT și se amestecă totul viguros la temperatura camerei (circa 22°C)
25 până se obține o soluție transparentă (A). În alt pahar Berzelius de 50 mL, se introduc
1,75 mL apă distilată, peste care se adaugă 1,45 mL soluție concentrată (25%) de amoniac
27 și se agită pentru omogenizare, obținându-se soluția B. Apoi soluția B se introduce peste
soluția A și se continuă agitarea noii soluții timp de 1,5 h la temperatura camerei, după care
29 soluția se toarnă peste suporturile FTO sau metalice acoperite cu filmul de TiO_2 , și se întinde
cu un cuțit de tragere cu fanta de 200 μm , pentru a se forma filme de grosime uniformă.
31 Suporturile cu filme se lasă timp de 40 h la temperatura camerei și apoi se introduc timp de
40 h într-o etuvă la 50°C, pentru maturare. O parte din suporturile maturate conținând circa
33 1 g de film sol-gel se introduc într-un alt pahar Berzelius de 100 mL și se adaugă
62,5 mL etanol p.a. (circa 50 g). Se pornește agitarea mecanică, care se menține timp de
35 5 h la temperatura camerei. Apoi soluția alcoolică de la extracție se varsă într-un flacon de
recuperare, iar suporturile cu filmele sol-gel extrase se lasă timp de 20 h, în nișă, la
37 temperatura camerei pentru uscare. Se obține un film sol-gel imprimat molecular, aderent
la TiO_2 , cu factorul de imprimare de 3,0.

Exemplul 2

39 Într-un pahar Berzelius de 50 mL se introduc 1 g DEMO-T, 7,5 mL (circa 6 g)
41 etanol p.a. și 0,0833 g TNT și se amestecă totul viguros la temperatura camerei (22°C) până
se obține o soluție transparentă (A). În alt pahar Berzelius de 50 mL se introduc 3,24 mL apă
43 distilată, peste care se adaugă 3,96 mL soluție concentrată (25%) de amoniac și se agită
pentru omogenizare, obținându-se soluția B. Apoi soluția B se introduce peste soluția A și
45 se continuă agitarea noii soluții timp de 2,5 h la temperatura camerei, după care soluția se
toarnă peste suporturile FTO sau metalice acoperite cu filmul de TiO_2 , și se întinde cu un
47 cuțit de tragere cu fanta de 300 μm , pentru a se forma filme de grosime uniformă. Suporturile
cu filme se lasă timp de 52 h la temperatura camerei și apoi se introduc timp de 52 h într-o

RO 132118 B1

etuvă la 40°C, pentru maturare. O parte din suporturile maturate conținând circa 1 g de film sol-gel se introduc într-un alt pahar Berzelius de 100 mL și se adaugă 25 mL etanol p.a. (circa 20 g). Se introduce paharul într-o baie de ultrasonare și se pornește ultrasonarea, care se menține timp de 2 h la temperatura camerei. Apoi soluția alcoolică de la extracție se varsă într-un flacon de recuperare, iar suporturile cu filmele sol-gel extrase se lasă timp de 30 h, în nișă, la temperatura camerei pentru uscare. Se obține un film sol-gel imprimat molecular, aderent la TiO₂, cu factorul de imprimare de 3,2.

Exemplul 3

Într-un pahar Berzelius de 50 mL se introduc 1 g DEMO-T, 6,25 mL (circa 5 g) etanol p.a. și 0,1 g TNT și se amestecă totul viguros la temperatura camerei (22°C) până se obține o soluție transparentă (A). În alt pahar Berzelius de 50 mL se introduc 2,5 mL apă distilată, peste care se adaugă 2,5 mL soluție concentrată (25%) de amoniac și se agită pentru omogenizare, obținându-se soluția B. Apoi soluția B se introduce peste soluția A și se continuă agitarea noii soluții timp de 2 h la temperatura camerei, după care soluția se toarnă peste suporturile FTO sau metalice acoperite cu filmul de TiO₂, și se întinde cu un cuțit de tragere cu fanta de 250 μm, pentru a se forma filme de grosime uniformă. Suporturile cu filme se lasă timp de 48 h la temperatura camerei și apoi se introduc timp de 48 h într-o etuvă la 45°C, pentru maturare. O parte din suporturile maturate conținând circa 1 g de film sol-gel se introduc într-un alt pahar Berzelius de 100 mL și se adaugă 50 mL etanol p.a. (cica 40 g). Se pornește agitarea mecanică, care se menține timp de 3 h la temperatura camerei. Apoi soluția alcoolică de la extracție se varsă într-un flacon de recuperare, iar suporturile cu filmele sol-gel extrase se lasă timp de 24 h, în nișă, la temperatura camerei, pentru uscare. Se obține un film aderent la TiO₂ cu factorul de imprimare de 3,5.

Exemplul 4

Într-un pahar Berzelius de 50 mL se introduc 1 g 1141 D, 5 mL (circa 4 g) etanol p.a. și 0,125 g TNT și se amestecă totul viguros la temperatura camerei (22°C) până se obține o soluție transparentă (A). În alt pahar Berzelius de 50 mL se introduc 1,75 mL apă distilată, peste care se adaugă 1,45 mL soluție concentrată (25%) de amoniac și se agită pentru omogenizare, obținându-se soluția B. Apoi soluția B se introduce peste soluția A și se continuă agitarea noii soluții timp de 1,5 h la temperatura camerei, după care soluția se toarnă peste suporturile FTO sau metalice acoperite cu filmul de TiO₂, și se întinde cu un cuțit de tragere cu fanta de 300 μm, pentru a se forma filme de grosime uniformă. Suporturile cu filme se lasă timp de 52 h la temperatura camerei și apoi se introduc timp de 40 h într-o etuvă la 50°C, pentru maturare. O parte din suporturile maturate conținând circa 1 g de film sol-gel se introduc într-un alt pahar Berzelius de 100 mL și se adaugă 62,5 mL etanol p.a.(circa 50 g). Se pornește agitarea mecanică, care se menține timp de 3 h la temperatura camerei. Apoi soluția alcoolică de la extracție se varsă într-un flacon de recuperare, iar suporturile cu filmele sol-gel extrase se lasă timp de 30 h, în nișă, la temperatura camerei pentru uscare. Se obține un film aderent la TiO₂ cu factorul de imprimare de 2,0.

Exemplul 5

Într-un pahar Berzelius de 50 mL se introduc 1 g 1141 D, 7,5 mL (circa 6 g) etanol p.a. și 0,0833 g TNT și se amestecă totul viguros la temperatura camerei (22°C) până se obține o soluție transparentă (A). În alt pahar Berzelius de 50 mL se introduc 3,24 mL apă distilată, peste care se adaugă 3,96 mL soluție concentrată (25%) de amoniac și se agită pentru omogenizare, obținându-se soluția B. Apoi soluția B se introduce peste soluția A și se continuă agitarea noii soluții timp de 2,5 h la temperatura camerei, după care soluția se toarnă peste suporturile FTO sau metalice acoperite cu filmul de TiO₂, și se întinde cu un cuțit de tragere cu fanta de 300 μm, pentru a se forma filme de grosime uniformă.

RO 132118 B1

Suporturile cu filme se lasă timp de 52 h la temperatura camerei și apoi se introduc timp de 52 h într-o etuvă la 40°C, pentru maturare. O parte din suporturile maturate conținând circa 1 g de film sol-gel se introduc într-un alt pahar Berzelius de 100 mL și se adaugă 25 mL etanol p.a.(circa 20 g). Se introduce paharul într-o baie de ultrasonare și se pornește ultrasonarea, care se menține timp de 1 h la temperatura camerei. Apoi soluția alcoolică de la extracție se varsă într-un flacon de recuperare, iar suporturile cu filmele sol-gel extrase se lasă timp de 22 h, în nișă, la temperatura camerei pentru uscare. Se obține un film aderent la TiO_2 cu factorul de imprimare de 2,7.

Exemplul 6

Într-un pahar Berzelius de 50 mL se introduc 1 g 1141 D, 6,25 mL (circa 5 g) etanol p.a. și 0,1 g TNT și se amestecă totul viguros la temperatura camerei (22°C) până se obține o soluție transparentă (A). În alt pahar Berzelius de 50 mL se introduc 2,5 mL apă distilată, peste care se adaugă 2,5 mL soluție concentrată (25%) de amoniac și se agită pentru omogenizare, obținându-se soluția B. Apoi soluția B se introduce peste soluția A și se continuă agitarea noii soluții timp de 2 h la temperatura camerei, după care soluția se toarnă peste suporturile FTO sau metalice acoperite cu filmul de TiO_2 , și se întinde cu un cuțit de tragere cu fanta de 200 μm , pentru a se forma filme de grosime uniformă. Suporturile cu filme se lasă timp de 48 h la temperatura camerei și apoi se introduc, timp de 48 h, într-o etuvă la 45°C, pentru maturare. O parte din suporturile maturate conținând circa 1 g de film sol-gel se introduc într-un alt pahar Berzelius de 100 mL și se adaugă 50 mL etanol p.a. (circa 40 g). Se introduce paharul într-o baie de ultrasonare și se pornește ultrasonarea, care se menține timp de 1,5 h la temperatura camerei. Apoi soluția alcoolică de la extracție se varsă într-un flacon de recuperare, iar suporturile cu filmele sol-gel extrase se lasă timp de 26 h, în nișă, la temperatura camerei pentru uscare. Se obține un film aderent la TiO_2 cu factorul de imprimare de 3,2.

1. Filme imprintate molecular cu trinitrotoluen, **caracterizate prin aceea că** sunt constituite din N (2-aminoetil)-3-aminopropil trimetoxisilan sau N(2-aminoetil)-3-aminopropil metildimetoxisilan, trinitrotoluen și etanol p.a., astfel încât raportul masic silan:trinitrotoluen este de 8...12:1 și raportul masic etanol:silan este de 4...6:1. 3 5
2. Procedeu de obținere de filme imprintate molecular cu trinitrotoluen prin metoda sol-gel, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** un silan ales dintre N(2-aminoetil)-3-aminopropil trimetoxisilan sau N(2-aminoetil)-3-aminopropil metildimetoxisilan se amestecă cu trinitrotoluen și etanol p.a., în rapoartele menționate în revendicarea 1, soluția A astfel obținută se amestecă cu soluția B, o soluție apoasă de hidroxid de amoniu, obținută prin amestecarea unei soluții concentrate de 25% amoniac cu apa distilată, în raport masic de 0,9...1,1:1, raportul masic dintre soluția B și etanolul din soluția A fiind de 0,8...1,2:1, soluția nou obținută se amestecă pentru omogenizare și hidroliză, timp de 1,5...2,5 h la temperatura camerei, după care din soluție se depun filme prin turnare direct pe suportul care conține un film de dioxid de titan și se lasă la maturat pentru policondensarea solilor timp de 40...52 h la temperatura camerei și încă 40...52 h la 40...50°C, iar suportul cu filmul sol-gel se introduce într-un vas conținând etanol, la un raport masic între etanol și film de 20...50:1, unde se lasă sub agitare mecanică timp de 3...5 h sau sub acțiunea ultrasunetelor timp de 1...2 h, apoi se scoate suportul cu film din vasul cu etanol și se lasă la uscat în aer la temperatura camerei timp de 20...30 h. 7 9 11 13 15 17 19 21

