

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2007 00101**

(22) Data de depozit: **14.02.2007**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.03.2012** BOPI nr. 3/2012

(41) Data publicării cererii:
30.09.2008 BOPI nr. 9/2008

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

(72) Inventatori:
• **GROZESCU IOAN, STR.DUNĂREA
NR.160, SAT GHIRODA,
COMUNA GHIRODA, TM, RO;**

• **NOVACONI ȘTEFAN-DĂNICĂ,
STR.EUGEN POP, BL.E13, SC.A, ET.3,
AP.10, TIMIȘOARA, TM, RO;**
• **LĂZĂU CARMEN, STR.AEROPORT NR.1,
SC.A, AP.13, TIMIȘOARA, TM, RO;**
• **MOCANU LIVIU-LUCIAN,
STR.CRIZANTEMELOR NR.13, SC.C,
AP.14, ORȘOVA, MH, RO;**
• **ARDELEAN TEODOR, BD.IULIU MANIU
NR.36, AP.27, TIMIȘOARA, TM, RO;**
• **ȘELARIU MIRCEA-EUGEN,
STR.HĂRNICIEI NR.10, SC.C, AP.6,
TIMIȘOARA, TM, RO**

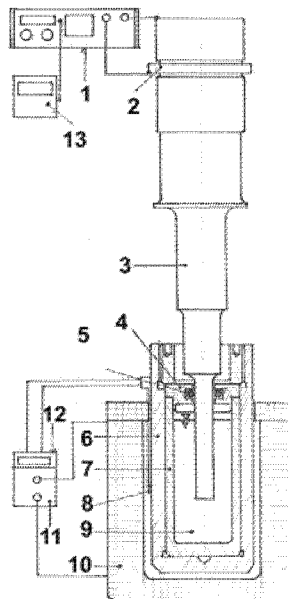
(56) Documente din stadiul tehnicii:
**US 6482438 B1; WO 00/38811 A1;
EP 0797562 B1**

(54) **INSTALAȚIE DE SINTEZĂ A MATERIALELOR NANO-
CRISTALINE ÎN CÂMP ULTRASONIC, PRIN IMERSAREA
SONOTRODEI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o instalație de sinteză a materialelor cristaline de dimensiuni nanometrice, în câmp ultrasonor. Instalația conform invenției este formată din: un generator (1) de semnal; un traductor (2) ultrasonor; o sonotrodă (3); o incintă (5) de sinteză, prevăzută cu un capac (4) de etanșare, o garnitură (6) de etanșare și o cămașă (7) de teflon; un cuptor (8) de încălzire; un termocuplu (9) și un timer (10).

Revendicări: 1
Figuri: 1



Examinator: dr. chimist CONSTANTINESCU ADELA



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

RO 123420 B1

1 Inventția se referă la o instalație de sinteză hidrotermală a materialelor cristaline de
dimensiuni nanometrice, în care procesul de cristalizare din incinta de sinteză închisă
3 ermetic a unei autoclave este activat de un câmp ultrasonic, prin introducerea sonotrodei
direct în mediul de reacție.

5 O serie de materiale cristaline de dimensiuni nanometrice pot fi obținute hidrotermal,
la o calitate și omogenitate dimensională superioară față de alte metode alternative, prin
7 cristalizare în incinta etanșă a unei autoclave, în mediu lichid, la temperaturi cuprinse între
150 și 250°C și presiuni cuprinse între 20 și 100 bari, dependent de gradul de umplere cu
9 lichid a incintei și de temperatura de lucru. Procesul constă în încălzirea rezistivă a incintei
autoclavei de sinteză, controlat, până la temperatura de cristalizare, menținerea constantă
11 a temperaturii la această valoare și răcirea controlată a incintei. Durata procesului este de
12...36 h, în funcție de natura și dimensiunea particolelor sintetizate.

13 Se cunosc instalații de ultrasonare în care energia câmpului acustic este transmisă
în mediul lichid din incinta autoclavei din exterior. Dezavantajul acestei metode constă în
15 acea că întreaga incintă de sinteză intră în rezonanță cu generatorul de ultrasunete, iar o
parte însemnată din puterea generatorului este disipată în exteriorul incintei.

17 Instalația de sinteză a materialelor nanocristaline în câmp ultrasonic, prin imersarea
sonotrodei conform invenției, rezolvă această problemă tehnică prin introducerea sonotrodei
19 în mediul de lucru din incinta etanșă a autoclavei prin capacul de etanșare a acesteia, iar
energia acustică eliberată este transmisă doar mediului de sinteză lichid. În acest mod, se
21 reduce substanțial puterea generatorului de ultrasunete de la 600 , până la 50 W.

23 Avantajul invenției constă în aceea că, în prezența câmpului ultrasonic se obțin
particule cristaline cu dimensiune controlată, temperatura pompată în sistem din exterior este
mai mică, deoarece câmpul ultrasonic conduce la apariția fenomenului de cavitație, care
25 constă în apariția unor bule în interiorul cărora temperatura este superioară celei din
exteriorul lor, iar prin echilibru termic se obține temperatura de proces. De asemenea, timpul
27 de sinteză se reduce de patru ori față de metoda clasică, scăzând corespunzător consumul
energetic.

29 În mediu lichid, câmpul ultrasonic conduce la apariția unui fenomen specific numit
cavitație, care constă în apariția unor bule în interiorul cărora temperaturile și presiunile sunt
31 mult superioare celor din exteriorul lor. Cavitația influențează mecanismele fizico-chimice
care intervin în procesul de cristalizare și constituie un parametru suplimentar de care depind
33 caracteristicile morfo - structurale ale materialelor obținute, alături de temperatura, presiunea
și pH-ul mediului de creștere. Fenomenele descrise stimulează nucleația spontană,
35 controlează dimensiunea particulelor și reduc dispersia lor dimensională.

37 Se dă în continuare un exemplu de realizare și funcționare a invenției, în legătură cu
figura, instalația de sinteză a materialelor nanocristaline în câmp ultrasonic, prin imersarea
sonotrodei.

39 Conform invenției, instalația de sinteză a materialelor nanocristaline în câmp
ultrasonic, prin imersarea sonotrodei, se compune din: generatorul de semnal 1, traductorul
41 ultrasonic 2, sonotroda 3, capacul de etanșare al incintei de sinteză 4, garnitura de etanșare
5, autoclava de oțel 6, autoclava de teflon 7, termocuplul 8, mediul de creștere 9, cuptorul
43 10, controlerul de temperatură digital 11, afișajul 12, timerul 13. Elementul principal al
instalației este sonotroda, confecționată din diverse materiale inerte din punct de vedere
45 chimic în raport cu mediul de sinteză hidrotermală sticlă, oțel austenitic sau aliaj pe bază de
Titan.

47 Traductorul 2 preia semnalul electric de la generatorul 1 și îl transformă în oscilații
ultraacustice pe care le transmite în regim rezonant sonotrodei 3 introduse în autoclava 7
49 prin capacul de etanșare 4. Etanșarea se realizează cu ajutorul garniturii 5 la o distanță față

RO 123420 B1

de capătul sonotrodei precis determinată, unde oscilația prezintă un nod în care amplitudinea acesteia este relativ zero. Controlul intensității și frecvenței de ultrasonare se realizează prin comanda generatorului, iar regimul de ultrasonare este comandat cu ajutorul timerului 13.	1
Menținerea și controlul temperaturii procesului se realizează prin ansamblul termocuplu 8 - controler 11.	3
Oscilațiile ultraacustice transmise prin intermediul sonotrodei de către generatorul de semnal în mediul lichid conduc la apariția cavitațiilor, care stimulează și activează mecanismele fizico-chimice care intervin în procesul de cristalizare alături de temperatura, presiunea și pH-ul mediului de creștere.	5
	7
	9

RO 123420 B1

Revendicare

1

3

5

7

9

11

Instalație de sinteză a materialelor nanocristaline în câmp ultrasonic, **caracterizată prin aceea că** o sonotrodă (3) inertă din punct de vedere chimic, cuplată printr-un traductor ultrasonic (2) la generatorul de ultrasunete (1), este introdusă prin capacul (4) de etanșare cu garnitura (5) incintei de sinteză (4) în interiorul autoclavei (7) de teflon plasată în interiorul unei autoclave (6) de rezistență mecanică din oțel, iar energia acustică este eliberată de sonotroda (3) doar în mediul lichid de sinteză din interiorul autoclavei de teflon, conducând la apariția cavitațiilor care stimulează și activează procesul de nucleație și cristalizare alături de temperatură și presiune controlate de ansamblul termocuplu (8) - controler digital (11) de temperatură ale instalației și de pH-ul soluției lichide de sinteză.

