



(11) RO 125498 B1

(51) Int.Cl.

A01N 59/16 (2006.01);  
A61L 24/00 (2006.01);  
C08K 3/28 (2006.01);  
C25C 5/02 (2006.01);  
B01J 23/50 (2006.01)

(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00961**

(22) Data de depozit: **23.11.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.05.2012** BOPI nr. **5/2012**

(41) Data publicării cererii:  
**30.06.2010** BOPI nr. **6/2010**

(73) Titular:

• PSV COMPANY S.A. BUCUREȘTI,  
STR.GENERAL BUDIȘTEANU NR.11 BIS,  
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;  
• INCIDIE ICPE-CA BUCUREȘTI,  
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO

• PETICA AURORA, STR.VALEA BUZĂULUI  
NR.5, BL.G12, SC.D, AP.38, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO;

• GAVRIILU ȘTEFANIA MARIA,  
ALEEA TIMIŞUL DE JOS NR.7, BL.A26,  
SC.C, AP.37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,  
RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**RO a 2008 00304 A2; US 4906466**

(72) Inventatori:

• ANICĂI LIANA JEANINA,  
STR.BRAȘOVENI NR.3, BL.7, SC.2, AP.59,  
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;

(54) **COMPOZIȚIE DISPERSĂ, NANOSTRUCTURATĂ, CU  
ACȚIUNE FOTOCATALITICĂ ȘI ANTIMICROBIANĂ, ȘI  
PROCEDEU DE OBȚINERE A ACESTEIA**

Examinator: ing. ANCA MARINA



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

Invenția se referă la o compozitie dispersă, nanostructurată, din Ag/TiO<sub>2</sub> și/sau Ag/N-TiO<sub>2</sub>, și la un procedeu electrochimic de obținere a acestora. Compozitie dispersă nanostructurată ecologică este sub formă de soluții apoase, șlamuri sau pulberi solide, care prezintă activitate de autocurățare și autosterilizare sub acțiunea luminii, inclusiv din spectrul vizibil, cu multiple aplicații, inclusiv ca straturi de acoperire pentru materiale de construcții exterioare și interioare, incluzând plăci ceramice, țigle, aluminiu, oțel zincat și alte substraturi metalice, filme plastice, materiale pentru corturi, sticlă, elemente de zidărie din beton, ciment, lacuri și vopsele lavabile, materiale textile, pielărie etc.

Este cunoscut faptul că efectul de autocurățare și autosterilizare sub acțiunea luminii se realizează prin depunerea argintului pe TiO<sub>2</sub>, favorizând interacțiuni metal-suport semi-conductor care asigură deplasarea peakului de absorbție de la 388 nm (domeniul UV) către domeniul vizibil al luminii și furnizând o activitate antibacteriană și antifungică mult îmbunătățită, inclusiv în absența luminii.

Depunerea nanoparticulelor de argint pe TiO<sub>2</sub> se realizează, de obicei, pe cale chimică, prin reducerea argintului dintr-o soluție a unei săruri de azotat de argint cu agenți reducători de tipul citrat de sodiu și borohidrură de sodiu, în condiții speciale de lucru.

Condițiile cunoscute care se impun acestor tipuri de compozitii nanostructurate cu activitate fotocatalitică se referă la realizarea unor caracteristici bine stabilite de concentrație, stabilitate, puritate, activitate fotocatalitică în domeniul vizibil și acțiune antimicrobiană.

Procedeele cunoscute pentru obținerea compozitilor cu acțiune fotocatalitică și antimicrobiană pe bază de Ag/TiO<sub>2</sub> și/sau Ag/N-TiO<sub>2</sub> au la bază în principal metode chimice de formare, respectiv:

- în brevetul de inventie **US 4849223** se reduce chimic oxidul de argint format la adăugarea nitrurii de argint la un șlam alcalin de TiO<sub>2</sub> cu formaldehidă diluată, când se obține un material cu circa 2,5-20% (procente de masă) Ag pe TiO<sub>2</sub>; dezavantajul acestui procedeu constă în utilizarea unor reactivi toxici care necesită măsuri speciale de manipulare;

- în brevetul de inventie **US 4906466** se depune chimic o sare de argint, de preferință AgCl, pe un suport oxidic inert fiziological, de preferință TiO<sub>2</sub> sub formă de anatas, rutil sau brucit, rezultând o compozitie cu 1...75% compus cu Ag, raportată la cantitatea de material suport; dezavantajul procedeului îl reprezintă prezența ionilor de clor și concentrațiile foarte ridicate în compus de Ag, pentru asigurarea efectului antibacterian. Testele bacteriologice au indicat dimensiuni ale zonei de eficiență de circa 10...15 mm pentru *E. coli* și *S. aureus*, la concentrații ridicate de compus pe bază de argint, în domeniul 30...50%;

- brevetul **US 5935608** prezintă încorporarea chimică a unei sări a unui metal cu activitate antibacteriană, de preferință Ag, într-un șlam pe bază de acid metatitanic în prezență de ioni de clor, astfel încât raportul molar Cl/Ag să fie între 2,8 și 7,2; dezavantajul procedeului îl reprezintă utilizarea pe parcursul sintezei a unui număr destul de larg de reactivi chimici ca sursă de ioni de clor (de exemplu: ZnCl<sub>2</sub>, AlCl<sub>3</sub>) și pentru stabilirea pH-ului alcalin dorit (de exemplu: NH<sub>4</sub>OH, NaOH), ca și necesitatea de a urma etape intermediare relativ îndelungate de agitare, stabilizare, filtrare și uscare, compusul fiind ulterior utilizat ca pulbere solidă;

- brevetul **US 2007/0202334 A1** utilizează sinteza solvtermică a nanostructurilor de tip Ag-Ti-O-N, într-un mediu organic conținând etilenglicol (în prealabil uscat la 140°C sub agitare continuă și în atmosferă de azot) și etilendiamină (dehidratată cu MgSO<sub>4</sub>), la care sunt adăugat tetraisopropoxid de titan și azotat de argint. Amestecul de reacție a fost încălzit

la 205...250°C, timp de 5...12 h, după care este răcit, filtrat și spălat cu etanol. Dezavantajul constă în complexitatea procedeului, asociat cu utilizarea unor reactivi organici care necesită manipulare specifică și cu o durată relativ mare de sinteză la temperatură ridicată, în reacțoare speciale;

- cererea de brevet a 2008 00304 A2 se referă la un procedeu ecologic de obținere a unor soluții coloidale de argint, cu aplicabilitate în medicină, cosmetică, industria textilă, industria pielăriei, industria bunurilor de larg consum și industria alimentară. Procedul conform inventiei presupune dizolvarea electrochimică a unor electrozi de argint de puritate 99,999%, care sunt imersați într-un mediu de dispersie obținut din apă deionizată ultrapură, cu o rezistență C < 1 µS, în care s-au dizolvat 3...10 g/l polivinil pirolidonă cu greutatea moleculară GM = 10.000 sau 25.000, cu rol de stabilizator steric, și LSS sau naftalen sulfonat de sodiu în raport de 1/10...1/5 față de polivinil pirolidonă; electrosinteză se realizează pe o durată de timp de 3...6 h, la temperaturi cuprinse între 15...25°C și cu agitare 200...1000 rot/min, utilizând un generator de curent constant, în intervalul 1...5 mA, în impulsuri, cu schimbarea polarității și prevăzut cu agitator mecanic.

Procedee electrochimice cunoscute de obținere a sistemelor disperse nanostructurate cu activitate photocatalitică și antimicrobiană de tip Ag/TiO<sub>2</sub> au fost raportate în [V. Subramanian, E. Wolf, P.V. Kamat, **Semiconductor - Metal Composite Nanostructures. To What Extent Do Metal Nanoparticles Improve the Photocatalytic Activity of TiO<sub>2</sub> Films**, in J. Phys. Chem. B 105 (2001), 11439; R.E.Davila-Martinez, L.F.Cueto, E.M.Sanchez, **Electrochemical deposition of silver nanoparticles on TiO<sub>2</sub>/FTO thin films**, in Surface Science 600 (2006) 3427-3435], când s-au utilizat fie electroforeza, fie tehnica dublului impuls de potențial pentru dureate de ordinul milisecundelor, conducând la obținerea unor particule cu diametre între 100 și 300 nm. Dezavantajul tehniciilor de mai sus îl reprezintă fie tensiunea foarte ridicată, în cazul procedeului electroforetic, fie dimensiunea relativ ridicată a nanoparticulelor obținute.

Problema pe care o rezolvă inventia este stabilirea condițiilor optime pentru desfășurarea procesului pentru realizarea unor compozitii disperse nanostructurate de tip Ag/TiO<sub>2</sub> și/sau Ag/N-TiO<sub>2</sub>, cu activitate photocatalitică și antimicrobiană.

Compoziția conform inventiei este constituită din 1...20 g/L TiO<sub>2</sub> de tip anatas sau N-TiO<sub>2</sub> anatas și 1...8% Ag electrodepus raportat la cantitatea nano-TiO<sub>2</sub> sau nano-N-TiO<sub>2</sub>, cu dimensiunea medie a particulelor de 20...50 nm, cu activitate photocatalitică extinsă către domeniul vizibil al luminii, evaluată prin deplasarea picului de absorbție de la 388 nm către domeniul UV, către 475...525 nm, determinând un randament mai ridicat de degradare photocatalitică a compușilor organici/anorganici poluanți.

Compoziția conform inventiei prezintă activitate antifungică și antibacteriană față de germeni din speciile: *Aspergillus niger*, *Aspergillus fumigatus*, *Aspergillus flavus*, *Aspergillus terreus*, *Chaetomium globosum*, *Myrothecium verrucaria*, *Paecilomyces varioti*, *Penicillium glaucum*, *Penicillium cyclopium*, *Stachybotris atra*, *Trichoderma viride* și *Scopulariopsis brevicaulis*, respectiv față de bacterii ca: *Staphilococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Candida albicans* și *Escherichia Coli*.

Procedeul conform inventiei elimină dezavantajele procedeelor cunoscute prin aceea că se dizolvă electrochimic anazi de Ag de puritate 99,999%, sub acțiunea unui curent constant, în domeniul 1...5 mA, în impulsuri și cu schimbarea polarității, sub agitare mecanică continuă la o viteză de 200...10000 rot/min, la o temperatură de 15...25°C, timp de 2...8 h, într-un mediu aproape format din apă deionizată ultrapură cu o rezistență C<1 µS, nanopulbere de Ag/TiO<sub>2</sub> de tip anatas sau N-Ag/TiO<sub>2</sub> de tip anatas în concentrație de 1...20 g/L, într-un dispersant constând din sareea de sodiu a acidului poliacrilic într-o concentrație masică de 2...10% raportată la cantitatea de TiO<sub>2</sub>.

1 Compoziția și proceful conform inventiei prezintă următoarele avantaje:  
2 - este ușor de aplicat, în condiții tehnologice accesibile, cu utilaje simple și cu un con-  
3 sum energetic redus, fără necesitatea unui sistem complex de supraveghere a procesului;  
4 - este un proceful cu impact minim asupra mediului, ce utilizează reactivi chimici  
5 care nu necesită măsuri speciale de manipulare;  
6 - permite obținerea unor compozitii disperse nanostructurate sub formă de soluții,  
7 șlamuri sau pulberi solide în funcție de domeniul de aplicație selecționat;  
8 - permite obținerea unor compozitii disperse nanostructurate cu activitate fotocata-  
9 litică superioară în domeniul UV și vizibil al spectrului luminii comparativ cu  $TiO_2$  pur;  
10 - permite obținerea unor compozitii disperse nanostructurate cu un puternic efect anti-  
11 bacterian și antifungic pentru un domeniu larg de aplicații;  
12 - asigură reproductibilitatea concentrației și a caracteristicilor sistemelor nanostruc-  
13 turate rezultate.

14 Soluțiile astfel obținute au fost testate din punct de vedere al caracteristicilor anti-  
15 microbiene și antifungice. Proprietățile antimicrobiene s-au evidențiat prin determinarea con-  
16 centrației minime inhibitorii (CMI), respectiv cea mai mică cantitate de probă care inhibă  
17 multiplicarea bacteriilor prin tehnica diluțiilor în agar, conform schemei recomandată de H.  
18 M. Ericsson și J. C. Sherris [**H. M. Ericsson and J. C. Sherris, Acta Pathol. Microbiol.**  
19 **Scand. Suppl., 217B 64 (1971)**].

20 Caracteristicile antifungice au fost determinate cu metoda antibiogramelor prin deter-  
21 minarea prezenței și mărimii suprafeței zonei de inhibare din jurul unei rondele de hârtie de  
22 filtru îmbibată în soluții coloidale de argint. Fungii testați se prezintă sub forma unui amestec  
23 de germenii [PI14-ed.4/10.2007; SR EN 60068-2-10/2006].

24 Se prezintă în continuare patru exemple nelimitative de realizare a proceului con-  
25 form inventiei, în legătură cu fig. 1...6, care reprezintă:

26 - fig. 1, difractograme de raze X pentru sisteme nanostructurate pe bază de  $Ag-TiO_2$   
27 și  $Ag/N-TiO_2$  comparativ cu  $TiO_2$  pur, conform exemplelor 1 și 2;

28 - fig. 2, spectre de reflexie difuză, cu evidențierea absorbției îmbunătățite către  
29 domeniul vizibil pentru sistemele nanostructurate  $Ag/TiO_2$  și  $Ag/N-TiO_2$ , conform exemplelor  
30 1 și 2;

31 - fig. 3, micrografie TEM a sistemelor nanostructurate  $Ag/TiO_2$ , obținute conform  
32 exemplului 1;

33 - fig. 4, micrografie TEM a sistemelor nanostructurate  $Ag/N-TiO_2$ , obținute conform  
34 exemplului 2;

35 - fig. 5, (a) spectre de absorbție pentru evidențierea degradării photocatalitice în cazul  
36 unei soluții de compus organic Orange II cu o concentrație de 20 ppm în prezența a 0,05 g %  
37  $Ag/TiO_2$  preparat conform proceului inventiei, sub acțiunea iradierii UV (  $X = 365$  nm),  
38 comparativ cu (b) spectre de absorbție pentru evidențierea degradării photocatalitice în cazul  
39 unei soluții de compus organic Orange II cu o concentrație de 20 ppm în prezența a 0,05 g %  
40  $TiO_2$  pur sub acțiunea iradierii UV (  $X = 365$  nm) și (c) spectre de absorbție în cazul unei  
41 soluții de compus organic Orange II sub acțiunea iradierii UV (  $X = 365$  nm) în absența  
42 oricărui sistem photocatalitic;

43 - fig. 6, efectul fungitoxic al soluției  $Ag/N-TiO_2$  obținute conform proceului inventiei,  
44 evaluat prin mărimea zonei de inhibare după: (a) 7 zile de la însămânțare; (b) 14 zile de la  
45 însămânțare.

**Exemplul 1.** Se adaugă 2 g de nanopulbere de  $\text{TiO}_2$  sub formă de anatas (diametrul particulelor situat între 10 și 30 nm) într-un volum de 1 L de apă deionizată, sub agitare continuă, timp de 15...30 min, la temperatura camerei, în domeniul  $20\pm5^\circ\text{C}$ . Se adaugă la suspensia formată 0,1 g de Na-PAA (sarea de sodiu a acidului poliacrilic) ca dispersant și se continuă agitarea încă 30 min, obținându-se o soluție nanodispersă apoasă. Se introduc cei doi electrozi de argint de puritate 99,999%, având fiecare dimensiunile de 155 x 27 mm și se aplică un curent constant în impulsuri și cu schimbarea polarității în domeniul 1...5 mA, respectiv se asigură o densitate de curent între 0,02 și 0,06 mA/cm, timp de 4 h, sub agitare continuă, la o viteză de 300 rot/min. Produsul final obținut, respectiv o soluție nanodispersă  $\text{Ag}/\text{TiO}_2$ , are o concentrație de argint de 30 ppm, respectiv 1, 33% Ag (proccente de masă, raportate la cantitatea nano- $\text{TiO}_2$ ). 1  
3  
5  
7  
9  
11

Analiza prin difracție de raze X a componitelui  $\text{Ag}/\text{TiO}_2$  (fig. 1) evidențiază obținerea unui material cu un înalt grad de cristalinitate, ca și prezența integrală a fazei anatase a  $\text{TiO}_2$ . Nu există peakuri clar definite caracteristice argintului, ceea ce constituie un indicu că acesta este omogen distribuit în matricea  $\text{TiO}_2$ . Aplicând formula lui Scherer ( $d = 0,9\lambda/(\beta \cos\theta)$ , unde  $\lambda$  este lungimea de undă a radiației X,  $\theta$  este unghiul de difracție și  $\beta$  este lățimea integrală a peakului) s-a determinat dimensiunea particulelor în domeniul 14...20 nm, confirmată și din analiza prin microscopie electronică de transmisie - TEM (fig. 3). Înregistrarea spectrelor de reflexie difuză a sistemului  $\text{Ag}/\text{TiO}_2$  (Figura 2) evidențiază o capacitate de absorbție superioară în domeniul vizibil al luminii, cu un maxim către 475...525 nm, comparativ cu  $\text{TiO}_2$  pur. Prezența unei benzi de absorbție în domeniul 400...500 nm indică o creștere progresivă a benzii plasmonului de suprafață a argintului la 400...420 nm și formarea nanoparticulelor de Ag metalic cu dimensiuni de aproximativ 20 nm [M. K. Seery, R. George, P. Floris, S. C. Pillai, **Silver doped titanium dioxide nanomaterials for enhanced visible light photocatalysis**, in *J. Photochem. Photobiol. A* 189 (2007) 258-263] care se dispersează ușor în rețeaua  $\text{TiO}_2$ . La această frecvență de rezonanță a benzii plasmonului, se evidențiază o absorbție eficientă a luminii vizibile. 13  
15  
17  
19  
21  
23  
25  
27

Soluția de  $\text{Ag}/\text{TiO}_2$  prezintă următoarele valori ale CMI, exprimată în ppm Ag: *Escherichia coli*: 4,44 ppm, *Staphylococcus aureus*: 5 ppm, *Candida albicans*: 5 ppm, *Pseudomonas aeruginosa*: 4,44 ppm. 29

**Exemplul 2.** Se adaugă 6 g de nanopulbere de N- $\text{TiO}_2$  sub formă de anatas (diametrul particulelor situat între 10 și 30 nm) într-un volum de 1 L de apă deionizată, sub agitare continuă, timp de 15...30 min, la temperatura camerei, în domeniul  $20\pm5^\circ\text{C}$ . Se adaugă la suspensia formată 0,3 g de Na-PAA (sarea de sodiu a acidului poliacrilic) ca dispersant și se continuă agitarea încă 30 min, obținându-se o soluție nanodispersă apoasă. Se introduc cei doi electrozi de argint de puritate 99,999%, având fiecare dimensiunile de 155 x 27 mm și se aplică un curent constant în impulsuri și cu schimbarea polarității în domeniul 1...5 mA, respectiv se asigură o densitate de curent între 0,02 și 0,06 mA/cm, timp de 6 h, sub agitare continuă, la o viteză de 300 rot/min. Produsul final obținut, respectiv o soluție nanodispersă  $\text{Ag}/\text{N-TiO}_2$ , are o concentrație de argint de 60 ppm, respectiv 1% Ag (proccente de masă, raportate la cantitatea nano-N- $\text{TiO}_2$ ). 31  
33  
35  
37  
39  
41

Analiza prin difracție de raze X a componitelui  $\text{Ag}/\text{N-TiO}_2$  (fig. 1) evidențiază obținerea unui material cu un înalt grad de cristalinitate, ca și prezența integrală a fazei anatase a  $\text{TiO}_2$ . Nu există peakuri clar definite caracteristice argintului, acesta fiind omogen distribuit în matricea de  $\text{TiO}_2$ . Aplicând formula lui Scherer ( $d = 0,9\lambda/(\beta \cos\theta)$ , unde  $\lambda$  este lungimea de undă a radiației X,  $\theta$  este unghiul de difracție și  $\beta$  este lățimea integrală a peakului), s-a 43  
45

1 determinat dimensiunea particulelor în domeniul 17...20 nm, confirmată și din analiza prin  
 2 microscopie electronică de transmisie - TEM (fig. 4). Înregistrarea spectrelor de reflexie  
 3 difuză a sistemului Ag/N-TiO<sub>2</sub> (fig. 2) evidențiază o capacitate de absorbție mult superioară  
 4 în domeniul vizibil al luminii, cu un maxim către 475...525 nm, comparativ cu TiO<sub>2</sub> pur,  
 5 datorată prezenței nanoparticulelor de Ag electrode depuse.

6 **Exemplul 3.** Se prepară 1 L soluție pe bază de sisteme disperse nanostructurate  
 7 Ag/TiO<sub>2</sub>, conform exemplului 2, având o concentrație de 6 g/L N-TiO<sub>2</sub> și 60 ppm Ag. Se iau  
 8 100 ml din aceasta soluție și se centrifughează pentru separarea porțiunii solide, după care  
 9 se îndepărtează faza lichidă. Faza solidă se usucă pentru obținerea nanopulberii de Ag/TiO<sub>2</sub>.  
 10 Pulberea astfel obținută se utilizează pentru determinarea activității fotocatalitice, prin  
 11 urmărirea cineticii de degradare a compusului Orange II, sub acțiunea iradierii UV ( $\lambda = 365$   
 12 nm). Astfel, într-un pahar Berzelius de 1 L se introduc 25 ml soluție Orange II având concen-  
 13 trația de 20 ppm, peste care se adaugă 0,0125 g nanopulbere de Ag/TiO<sub>2</sub> (proba a). Pentru  
 14 comparație, se prepară probe similare de soluție Orange II la care se adaugă aceeași can-  
 15 titate de TiO<sub>2</sub> pur (proba b), respectiv soluție Orange II în absența oricărui sistem fotocatalitic  
 16 (proba c). Suspensiile au fost mai întâi agitate la întuneric timp de 30 min, pentru a se atinge  
 17 echilibrul de sorbție al compusului organic, apoi a fost pornită iradierea UV a probelor. La  
 18 intervale de timp prestabile, au fost prelevate eșantioane de 3 ml soluție și filtrate prin  
 19 membrane fie de 0,22 μm, fie de 0,1 μm, pentru a îndepărta particulele de TiO<sub>2</sub>. Schimbarea  
 20 concentrației fiecărei alicote a fost măsurată spectrofotometric la valoarea maximului de  
 21 absorbanță al compusului Orange II pentru care în prealabil a fost trasată curba de eta-  
 22 lonare. Procesul de degradare s-a desfășurat la temperatura camerei. Cinetica degradării  
 23 fotocatalitice este prezentată în fig. 5. Soluția pe baza sistemului Ag/TiO<sub>2</sub> preparat conform  
 24 procedeului inventiei asigură un randament de degradare fotocatalitică semnificativ superior,  
 25 materializat prin reducerea duratei de fotodegradare cu peste 50%. Din determinarea con-  
 26 centrației de Orange II inițial și după 3 h de iradiere, s-a determinat un randament de  
 27 degradare fotocatalitică de 98,5%.

28 **Exemplul 4.** Se prepară 1 L soluție pe bază de sisteme disperse nanostructurate  
 29 Ag/N-TiO<sub>2</sub>, conform procedeului inventiei, având o concentrație de 5 g/L N-TiO<sub>2</sub> și 32 ppm  
 30 Ag. Pentru determinarea efectului antifungic, s-a utilizat metoda antibiogramelor, cu  
 31 evidențierea prezenței și mărimei suprafeței zonei de inhibare în jurul unei rondele de hârtie  
 32 de filtru îmbibată în soluția pe bază de sisteme disperse nanostructurate Ag/N-TiO<sub>2</sub>, realizate  
 33 conform procedeului inventiei. Fungi testați, respectiv: *Aspergillus niger*, *Aspergillus flavus*,  
 34 *Penicillium glaucum*, *P. funiculosum*, *Paecilomyces varioti*, *Chaetomium globosum*,  
 35 *Myrothecium verrucaria*, *Scopulariopsis brevicaulis*, *Stachybotrys atra*, *Trichoderma viride*,  
 36 se prezintă sub forma unui amestec de germenii.

37 În prezența sistemelor nanostructurate Ag/N-TiO<sub>2</sub>, probele au o acțiune fungistatică  
 38 foarte bună, reprezentată prin zone de inhibare a creșterii mucegaiurilor în jurul rondelelor  
 39 de hârtie de filtru de până la 20 mm, zone care se mențin până la sfârșitul încercării, cu o  
 40 durată de 14 zile (fig. 6).

# RO 125498 B1

Revendicări	1
1. Compoziție dispersă, nanostructurată, din Ag/TiO <sub>2</sub> și/sau Ag/N-TiO <sub>2</sub> , caracterizată prin aceea că este constituită din 1...20 g/L TiO <sub>2</sub> de tip anatas sau N-TiO <sub>2</sub> anatas și 1...8% Ag electrodepus raportat la cantitatea nano-TiO <sub>2</sub> sau nano-N-TiO <sub>2</sub> , cu dimensiunea medie a particulelor de 20...50 nm, cu activitate photocatalitică extinsă către domeniul vizibil al luminii, evaluată prin deplasarea picului de absorbție de la 388 nm domeniul UV, către 475...525 nm, determinând un randament mai ridicat de degradare photocatalitică a compușilor organici/anorganici poluanți.	3
2. Compoziție conform revendicării 1, caracterizată prin aceea că prezintă activitate antifungică și antibacteriană față de germeni din speciile: <i>Aspergillus niger</i> , <i>Aspergillus fumigatus</i> , <i>Aspergillus flavus</i> , <i>Aspergillus terreus</i> , <i>Chaetomium globosum</i> , <i>Myrothecium verrucaria</i> , <i>Paecilomyces varioti</i> , <i>Penicillium glaucum</i> , <i>Penicillium cyclopium</i> , <i>Stachybotrys atra</i> , <i>Trichoderma viride</i> și <i>Scopulariopsis brevicaulis</i> , respectiv față de bacterii ca: <i>Staphilococcus aureus</i> , <i>Pseudomonas aeruginosa</i> , <i>Candida albicans</i> și <i>Escherichia Coli</i> .	5
3. Procedeu de obținere a compozitiei definite în revendicarea 1, caracterizat prin aceea că se dizolvă electrochimic anozi de Ag de puritate 99,999%, sub acțiunea unui curent constant în domeniul 1...5 mA, în impulsuri și cu schimbarea polarității, sub agitare mecanică continuă, la o viteză de 200...10000 rot/min, la o temperatură de 15...25°C, timp de 2...8 h, într-un mediu apos format din apă deionizată ultrapură cu o rezistență C<1 μS, nanopulbere de Ag/TiO <sub>2</sub> de tip anatas sau N-Ag/TiO <sub>2</sub> de tip anatas în concentrație de 1...20 g/L, într-un dispersant constând din sarea de sodiu a acidului poliacrilic într-o concentrație masică de 2...10% raportată la cantitatea de TiO <sub>2</sub> .	9
	11
	13
	15
	17
	19
	21
	23

# RO 125498 B1

(51) Int.Cl.

**A01N 59/16** (2006.01);  
**A61L 24/00** (2006.01);  
**C08K 3/28** (2006.01);  
**C25C 5/02** (2006.01);  
**B01J 23/50** (2006.01)

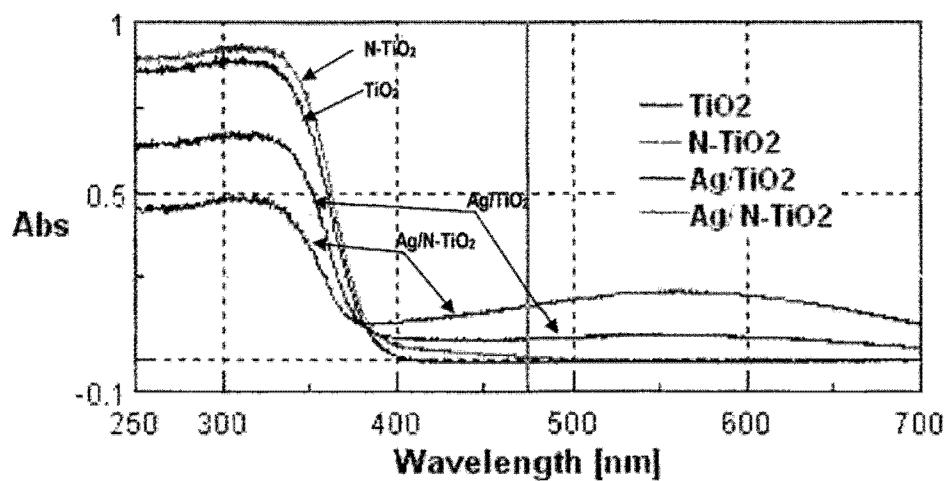


Fig. 1

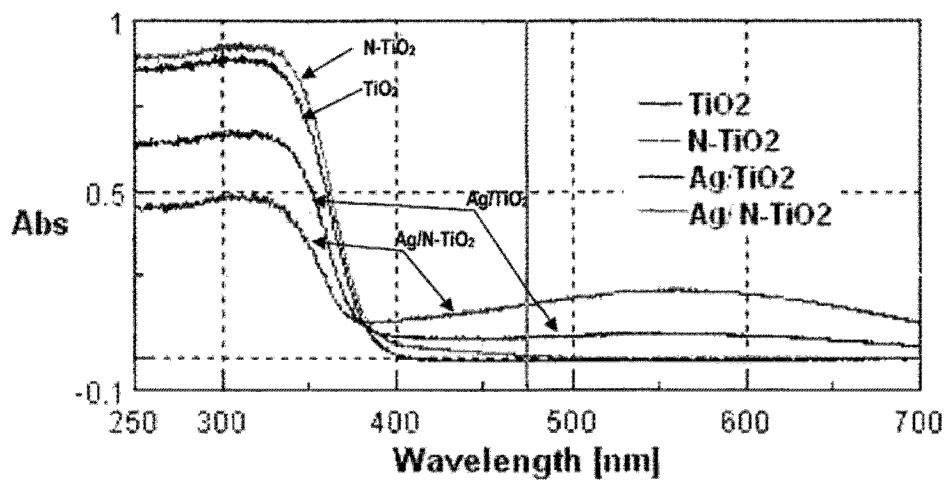


Fig. 2

# RO 125498 B1

(51) Int.Cl.

**A01N 59/16** (2006.01);  
**A61L 24/00** (2006.01);  
**C08K 3/28** (2006.01);  
**C25C 5/02** (2006.01);  
**B01J 23/50** (2006.01)

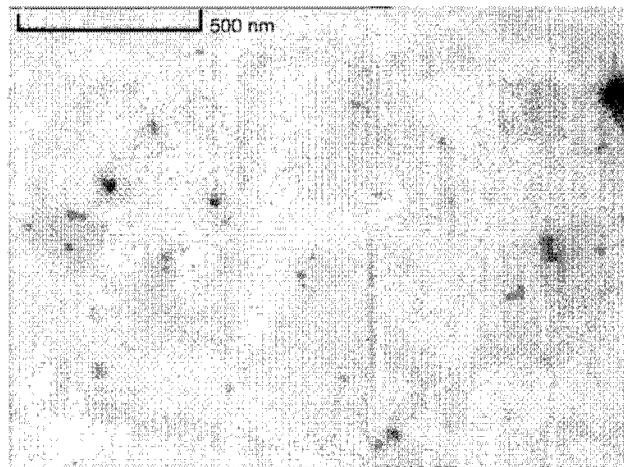


Fig. 3

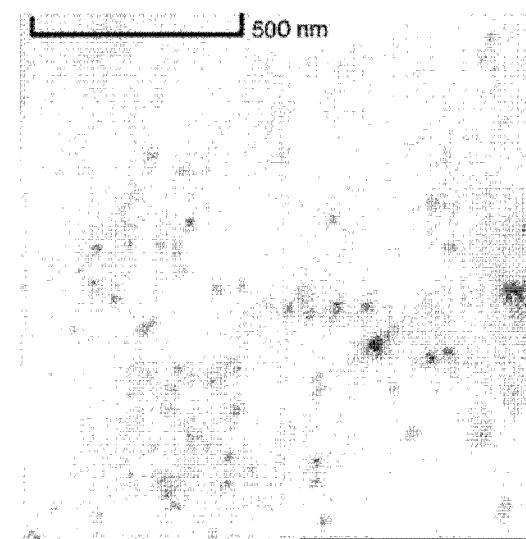


Fig. 4

# RO 125498 B1

(51) Int.Cl.

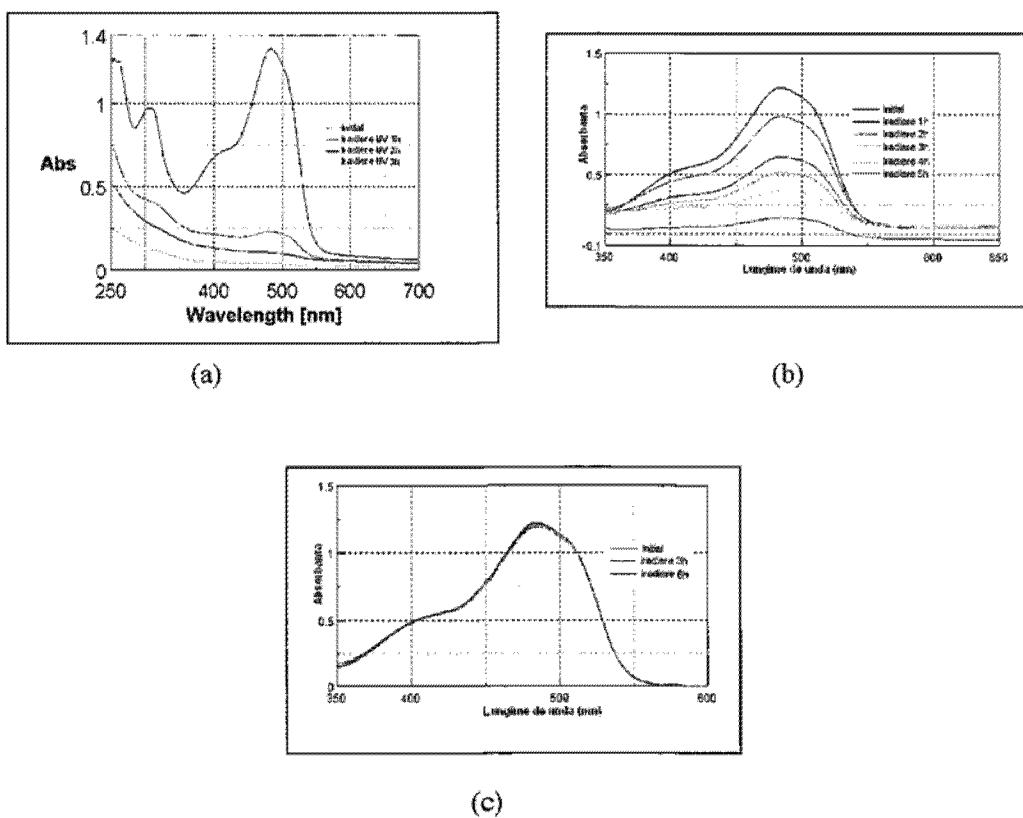
**A01N 59/16** (2006.01);

**A61L 24/00** (2006.01);

**C08K 3/28** (2006.01);

**C25C 5/02** (2006.01);

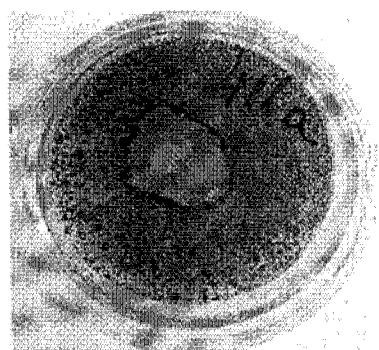
**B01J 23/50** (2006.01)



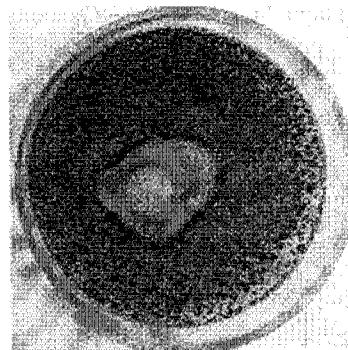
**Fig. 5**

**(51) Int.Cl.**

**A01N 59/16** (2006.01);  
**A61L 24/00** (2006.01);  
**C08K 3/28** (2006.01);  
**C25C 5/02** (2006.01);  
**B01J 23/50** (2006.01)



(a)



(b)

**Fig. 6**



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM  
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci  
sub comanda nr. 266/2012