



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00900**

(22) Data de depozit: **18.11.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.06.2011** BOPI nr. **6/2011**

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

(73) Titular:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE  
DEZVOLTARE PENTRU INGINERIE  
ELECTRICĂ ICPE-CA, SPLAIUL UNIRII  
NR.313, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:  
• **BARA ADELA,  
STR.PRELUNGIREA GHENCEA NR.34,  
BL.M7, SC.A, AP.19, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **BANCIU CRISTINA, ALEEA BUHUȘI NR.1,  
BL.4, SC.4, ET.3, AP.179, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **BONDAR ANA-MARIA, STR. PAȘCANI  
NR. 3, BL. D6, SC.B, ET. 3, AP. 18,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**RO 122293 B1; US 7582155 B2**

(54) **COMPOZIȚIE PE BAZĂ DE SMOALĂ DE PETROL ȘI  
NANOTUBURI DE CARBON, ȘI PROCEDU DE OBȚINERE**



# RO 125532 B1

1           Invenția se referă la o compoziție pe bază de smoală de petrol și nanotuburi de  
2 carbon, și la un procedeu de obținere a acesteia, compoziția fiind destinată pentru realizarea  
3 matricei compozitelor carbon/carbon utilizate în industria aeronautică și de transporturi,  
4 pentru realizarea de componente tribologice.

5           Este cunoscut brevetul **RO 122293 B1**, care se referă la un material nanocompozit  
6 carbonic realizat din smoală de gudron de huiță care conține 0,5...1,5% în greutate  
7 nanocarbon și care este obținut printr-un procedeu în mai multe etape. Astfel, în prima etapă  
8 se realizează purificarea smoalei, apoi amestecarea mecanică cu nanocarbon în  
9 ciclohexanonă, la temperatura de 240...250°C timp de 30 min, urmând și tratarea termică  
10 la temperaturi de 440...900°C.

11           De asemenea, se mai cunoaște brevetul **US 7582155 B2**, care se referă la obținerea  
12 asfaltului pe bază de nanocompozite prin amestecare directă și utilizarea asfaltului astfel  
13 obținut pentru acoperiri în industria de construcții.

14           Toate aceste procedee prezintă dezavantajele unor procedee complicate și  
15 costisitoare de obținere și al unor caracteristici tehnice inferioare.

16           Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este obținerea unei compoziții de smoală  
17 capabilă să realizeze matricea compozițiilor carbon/carbon utilizate în industria aeronautică  
18 și de transporturi.

19           Compoziția pe bază de smoală de petrol și nanotuburi de carbon, conform invenției,  
20 înlătură dezavantajele de mai sus, deoarece conține 98...99,5% smoală de petrol având o  
21 granulație de până la 30 μm, un punct de înmuiere de 85°C, și 0,5...2% nanotuburi de carbon  
22 cu un diametru de 10...20 nm și o lungime de 5...15 μm.

23           Procedeu de obținere a compoziției pe bază de smoală de petrol și nanotuburi de  
24 carbon, conform invenției, constă în aceea că se dispersează, timp de 30 min, nanotuburi  
25 de carbon în acetonă, după care se adaugă smoala de petrol, iar amestecul se omoge-  
26 nizează prin ultrasonare la o temperatură de 90°C, timp de 1 h, se evaporă solventul la  
27 100°C, după care se tratează termic la o temperatură de 440°C, cu viteza de încălzire de  
28 1°C/min și se menține în regim termic constant timp de 30 min, produsul obținut având o  
29 densitate de 1...1,35 g/cm<sup>3</sup> și un punct de înmuiere de 150...180.

30           Compoziția pe bază de smoală de petrol și nanotuburi de carbon conform invenției  
31 prezintă următoarele avantaje:

32           - puncte de înmuiere ridicate comparativ cu smoala normală (smoală de petrol,  
33 smoală de gudron de cocserie);

34           - densitate mărită comparativ cu smoala normală (smoală de petrol, smoală de  
35 gudron de cocserie);

36           - asigură scăderea numărului de cicluri de impregnare în materialele compozite  
37 carbon/carbon;

38           - asigură obținerea unei porozități reduse în materialele compozite carbon/carbon;

39           - asigură o bună grafitizabilitate a materialelor compozite carbon/carbon.

40           - procedeu de obținere simplificat.

41           În figură este prezentată compoziția pe bază de smoală de petrol cu 1,5% nanotuburi  
42 de carbon.

43           Compoziția pe bază de smoală de petrol și nanotuburi de carbon se formează  
44 controlat structuri anizotrope sferice, din structura amorfă a smoalei de petrol aditivată cu  
45 nanotuburi de carbon, prin creșterea și ordonarea planelor cristaline grafitice, ce asigură o  
46 bună grafitizare a materialelor compozite carbon/carbon, fiind obținută din 98...99,5 g smoală  
47 de petrol și 0,5...2 g nanotuburi de carbon, produsul final având caracteristicile: densitatea  
de 1,3...1,35 g/cm<sup>3</sup> și punctul de înmuiere între 150...180°C, în funcție de compoziție și

# RO 125532 B1

parametrii de elaborare; procedeul de obținere a compoziției utilizează ca materii prime o smoală de petrol cu granulația 0...30  $\mu\text{m}$ , având punctul de înmuiere de 85°C, și nanotuburi de carbon multistrat, având diametrul între 10...20 nm și lungimea între 5...15  $\mu\text{m}$ , produsul final obținându-se prin dispersia ultrasonică a nanotuburilor de carbon în acetonă timp de 30 min, adăugarea smoalei de petrol, omogenizarea amestecului prin ultrasonare la temperatura de 90°C, timp de 1 h, evaporarea solventului la 100°C și tratarea termică la temperatura de 440°C, cu viteza de încălzire de 1°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 30 min la temperatura finală. 1

Compoziția conform invenției, pentru compozite avansate carbon/carbon, este alcătuită din: 99,5 g smoală de petrol și 0,5 g nanotuburi de carbon sau 99 g smoală de petrol și 1 g nanotuburi de carbon sau 98,5 g smoală de petrol și 1,5 g nanotuburi de carbon sau 98 g smoală de petrol și 2 g nanotuburi de carbon, produsul final având, în funcție de compoziție și parametrii de elaborare, densitatea de 1,3... 1,35 g/cm<sup>3</sup>, punct de înmuiere între 150...180°C. 3

Se prezintă în continuare două exemple de realizare a invenției. 5

**Exemplul 1.** Compoziția conform invenției, pentru compozite avansate carbon/carbon, este alcătuită din: 99,5 g smoală de petrol, având o granulație de până la 30  $\mu\text{m}$ , un punct de înmuiere de 85°C și 0,5 g nanotuburi de carbon, cu un diametru de 10  $\mu\text{m}$  și o lungime de 5  $\mu\text{m}$ . Produsul final are densitatea de 1,3 g/cm<sup>3</sup> și punctul de înmuiere la 150°C. 7

Nanotuburile de carbon au fost dispersate ultrasonic timp de 30 min, folosind ca mediu de dispersie acetona. După dispersare, s-a adăugat smoală și acetonă astfel încât să se formeze un amestec fluid. Amestecul nanotuburi + smoală + acetonă a fost omogenizat prin ultrasonare la temperatura de 90°C, timp de 1 h. 9

Amestecurile obținute au fost uscate în etuvă la 100°C, până la evaporarea completă a solventului. Pentru obținerea compoziției finale aditivată cu nanotuburi de carbon, probele astfel preparate au fost tratate termic la temperatura de 440°C, cu viteza de încălzire de 1°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 30 min la temperatură finală. 11

**Exemplul 2.** Compoziția conform invenției, pentru compozite avansate carbon/carbon, este alcătuită din: 98 g smoală de petrol, având o granulație de până la 30  $\mu\text{m}$ , un punct de înmuiere de 85°C și 2 g nanotuburi de carbon, cu un diametru de 20  $\mu\text{m}$  și o lungime de 15  $\mu\text{m}$ . Produsul final are densitatea de 1,35 g/cm<sup>3</sup> și punctul de înmuiere la 180°C. 13

Nanotuburile de carbon au fost dispersate ultrasonic timp de 30 min, folosind ca mediu de dispersie acetona. După dispersare, s-a adăugat smoala și acetona astfel încât să se formeze un amestec fluid. Amestecul nanotuburi + smoală + acetonă a fost omogenizat prin ultrasonare la temperatura de 90°C, timp de 1 oră. 15

Amestecurile obținute au fost uscate în etuvă la 100°C, până la evaporarea completă a solventului. Pentru obținerea compoziției finale aditivată cu nanotuburi de carbon, probele astfel preparate au fost tratate termic la temperatura de 440°C, cu viteza de încălzire de 1°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 30 min la temperatura finală. 17

Dupa tratamentul termic se obține un reziduu solid, de culoare neagră, cu densitatea de 1,3... 1,35 g/cm<sup>3</sup> și punct de înmuiere de 150...180°C, ce conține pachete de cristalite grafitice ordonate sub forma de sfere vizibile prin microscopie optică în lumină polarizată. Analiza microscopică demonstrează prezența în structura amorfă a compoziției pe bază de smoală de petrol aditivată cu nanotuburi de carbon a unor structuri anizotrope sferice, prin creșterea și ordonarea de plane cristaline grafitice (figura). 19

# RO 125532 B1

## Revendicări

1

3

1. Compoziție pe bază de smoală de petrol și nanotuburi de carbon, **caracterizată prin aceea că** aceasta conține 98...99,5% smoală de petrol, având o granulație de până la 30  $\mu\text{m}$ , un punct de înmuiere de 85°C, și 0,5...2% nanotuburi de carbon cu un diametru de 10...20 nm și o lungime de 5...15  $\mu\text{m}$ .

7

2. Procedeu de obținere a compoziției pe bază de smoală de petrol și nanotuburi de carbon, definită în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea ca** se dispersează timp de 30 min nanotuburi de carbon în acetonă, după care se adaugă smoala de petrol, iar amestecul se omogenizează prin ultrasonare la o temperatură de 90°C, timp de 1 h, se evaporă solventul la 100°C, după care se tratează termic la o temperatură de 440°C, cu viteza de încălzire de 1°C/min și se menține în regim termic constant timp de 30 min, produsul obținut având o densitate de 1...1,35 g/cm<sup>3</sup> și un punct de înmuiere de 150...180°C.

11

13

