



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2009 00878

(22) Data de depozit: 29.10.2009

(41) Data publicării cererii:  
30.06.2011 BOPI nr. 6/2011

(71) Solicitant:  
• UNIVERSITATEA TEHNICĂ "GHEORGHE  
ASACHI" DIN IAȘI,  
BD.PROF.D.MANGERON NR. 67, IAȘI, IS,  
RO

(72) Inventatori:  
• STAN CORNELIU SERGIU, STR.ȚUȚORA  
NR.7C, BL.E3, SC.C, AP.16, ET.3, IAȘI, IS,  
RO;

• SIBIESCU DOINA, STR. NICOLINA NR.19,  
BL.952, ET.1, AP.2, IAȘI, IS, RO;  
• ROȘCA IOAN, STR. BUCIUM NR. 32,  
BL.32, SC. A, AP. 4, IAȘI, IS, RO;  
• CREȚESCU IGOR,  
STR. TUDOR VLADIMIRESCU BL.Q1, SC.B,  
ET.2, AP.10, IAȘI, IS, RO;  
• TUTULEA DANA MIHAELA,  
STR. DECEBAL NR.2, BL.H3, SC.A, ET.2,  
AP.7, PIATRA NEAMȚ, NT, RO;  
• CĂRJĂ GABRIELA, STR. IONESCU  
NR.11, IAȘI, IS, RO

(54) COMPOZITE FOSFORESCENTE UTILIZABILE ÎN SURSE DE  
ILUMINARE CU EFICIENȚĂ ENERGETICĂ RIDICATĂ

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un material compozit utilizat pentru obținerea unor surse de iluminare, și la un procedeu pentru obținerea acestuia. Materialul compozit, conform invenției, constă dintr-o pulbere de aluminat de stronțiu dopat cu 1% mol Eu și 2% Dy având dimensiuni de 5...10 μ și polietilentereftalat, având o structură de tip miez-coajă, cu o dimensiune a particulelor de compozit de 10...20 μ, un indice de transparență de 70...80% și o temperatură de topire de 250...260°C. Procedeu conform invenției constă din dizolvarea polietilentereftalului sub formă de granule sau fulgi, în alcool benzilic,

la o temperatură de 205°C, sub agitare timp de 4...6 h, urmată de răcire și adăugarea aluminatului de stronțiu având o densitate de 3,62...3,64 g/ml; se continuă agitarea timp de 10...15 min, după care masa de reacție este răcită brusc și omogenizată prin barbotare de azot, din care rezultă un material compozit fosforescent, având un conținut masic de aluminat de stronțiu de 30...70%.

Revendicări: 2



## COMPOZITE FOSFORESCENTE UTILIZABILE ÎN SURSE DE ILUMINARE CU EFICIENȚĂ ENERGETICĂ RIDICATĂ

Invenția se referă la un nou material compozit cu structură de tip „miez-coajă” și proprietăți de fosforescență persistentă precum și la un procedeu de obținere a acestuia având aplicații în realizarea unor surse de iluminare caracterizate prin eficiență energetică ridicată.

Materialul compozit cu structura de tip „miez-coajă” este realizat prin înglobarea unui compus cristalin cu proprietăți fosforescente într-o matrice polimerică, care are rolul de a proteja structura acestuia față de medii cu umiditate ridicată și alți parametri de natură să altereze structura cristalină, de care depind proprietățile de fosforescență.

Proprietățile menționate permit utilizarea unui astfel de material compozit la realizarea unei surse de iluminare cu randamente energetice ridicate. Comparativ cu sursele de iluminare clasice bazate pe straturi emise fluorescente, consumurile energetice specifice unor surse de iluminare cu straturi emise fosforescente sunt cu cca. 30-40% mai mici.

Se cunosc compozite având proprietăți fosforescente realizate pe bază de sulfură de zinc (ZnS) sau alți compuși fosforescenți înglobați în matrici polimerice pe bază de polistiren (PS) sau poli-metacrilat de metil (PMMA).[2,5]

Principalele dezavantaje ale compozitelor pe bază de PS și PMMA sunt:

- stabilitate fizico-chimică scăzută în special la radiație UV uzual folosită în sistemele de iluminare la excitarea straturilor fluorescente/fosforescente emițătoare în domeniul vizibil.
- grad de transparență insuficient (în special în cazul PS) cu impact negativ asupra eficienței excitației compusului fosforescent înglobat în matricea polimerică.
- procedee de obținere cu un grad de complexitate mediu-ridicat reflectat în costurile de fabricație.

Cele mai asemănătoare compozite având proprietăți fosforescente similare cu compozitul propus sunt realizate folosind sulfura de zinc (ZnS) sau aluminatul de stronțiu în matrici polimerice de polistiren(PS) sau poli-metacrilat de metil(PMMA).[2,4,5]

Problema tehnică pe care își propune să o rezolve invenția este obținerea unui compozit fosforescent cu structura de tip „miez-coajă”, care să permită menținerea structurii cristaline a aluminatului de stronțiu dopat cu Eu și Dy prin înglobarea acestuia într-o matrice polimerică de PET, printr-un procedeu de obținere în soluție la temperaturi de lucru coborâte și obținerea unor pulberi fine (diam. 10 – 20 microni) cu un grad de transparență ridicat a matricii polimerice.



Soluția problemei tehnice constă în obținerea unui compozit fosforescent cu structură de tip "miez-coajă" sub formă de pulberi cu dimensiuni micrometrice, printr-un procedeu de obținere în soluție, folosind poli-etilentereftalat sub formă de granule sau fulgi care se dizolvă în alcool benzilic și aluminat de stronțiu dopat cu Eu și Dy (în concentrații de 1 mol%, 2 mol %)[1,3] care este introdus în masa de reacție, răcită brusc prin barbotare de azot.

**Principalele avantaje** ale invenției propuse sunt:

- stabilitate fizico-chimică ridicată a compozitului obținut, datorată în principal proprietăților specifice matricii polimerice de PET și a izolării structurii cristaline a aluminatului de stronțiu de mediile externe.
- Stabilitatea ridicată a polimerului de încapsulare (poli-etilentereftalat) la radiațiile ultraviolete ( $\lambda=350-400\text{nm}$ ) emise de sursa de excitație a compusului fosforescent (aluminat de stronțiu), comparativ cu alți polimeri cu grad de transparență ridicat. (ex. poli-metilmecrilatul).
- Procedeu de obținere a compozitului permite lucrul la temperaturi moderate.
- Costuri de fabricație scăzute ale surselor de iluminare prin posibilitatea depunerii materialului fosforescent prin tehnici de tip „jet printing” ca urmare a dimensiunilor micrometrice ale particulelor de compozit obținute prin procedeu propus.

Conform invenției procedeu de obținere are loc într-un reactor sferic de sticlă cu volumul de 5L prevăzut cu manta de încălzire, termometru de control, agitator cu sistem KPG, refrigerent de reflux și ventil de evacuare masă de reacție. Produsul rezultat este separat printr-un sistem de filtrare la vid prevăzut cu vas de colectare a solventului.

Poli-etilentereftalatul (PET) sub formă de fulgi și/sau granule cu vâscozitatea relativă de 700-950, determinată în soluție fenol tetraclorețan 3:2, temperatura de topire de 250-260°C, densitatea 1,30-1,40 g/cm<sup>3</sup> este tratat cu alcool benzilic la temperatura de 205°C /760mmHg, sub agitare energetică timp de 3-6 ore până la dizolvarea completă a PET, după care se reduce temperatura până la 190°C. În continuare se adaugă aluminat de stronțiu dopat cu Eu și Dy având densitatea de 3,62-3,67g/ml și dimensiunile particulelor de 5-10 microni. Se continuă agitarea timp de 10-15 min. după care concomitent cu oprirea agitării se barbotează în masa de reacție azot având dublul rol de omogenizare a masei de reacție și de răcire bruscă a acesteia până la temperaturi de 60-65°C. Compozitul aflat în masa de reacție se evacuează prin orificiul de fund al reactorului și se filtrează la vid de 60-100mmHg. Compozitul astfel rezultat se supune în continuare la o operație de îndepărtare a alcoolului benzilic în vacuum de 3-5mmHg și temperatura de 60-65°C.



- Său a -

În continuare este prezentat un exemplu de realizare a invenției în vederea obținerii compozitului fosforescent:

Se introduc în reactor 320g PET și 2,5L alcool benzilic; se pornește agitarea și se ridică temperatura până la temperatura de fierbere a alcoolului benzilic de 205°C. Vaporii de alcool benzilic sunt condensați în refrigerentul de reflux întorcându-se în masa de reacție. Se mențin aceste condiții 3-6 ore până la dizolvarea totală a PET. Se oprește sursa de încălzire și la atingerea temperaturii de 190°C se întrerupe agitarea și se adaugă prin orificiul reactorului destinat termometrului o cantitate de 160g aluminat de stronțiu dopat cu Eu și Dy după care se reia agitarea timp de 10-15 min. urmată, concomitent cu oprirea agitării, de barbotarea de azot în masa de reacție, acesta având dublul rol de omogenizare a masei de reacție cât și de răcire bruscă a acesteia până la temperaturi de 60-65°C. Compozitul aflat în masa de reacție se evacuează prin orificiul de fund al reactorului și se filtrează la vid de 60-100mmHg. Compozitul astfel rezultat se supune în continuare la o operație de îndepărtare a alcoolului benzilic în vacuum de 3-5mmHg la temperatura de 60-65°C.

Rezultă o cantitate de 480 g compozit cu un conținut de 33% aluminat de stronțiu.

Proprietatea de fosforescență persistentă se obține în compozitul format din matricea polimerică de poli-etilentereftalat(  $HO-[CH_2-CH_2-OCO-C_6H_4-OCO]_n-CH_2-CH_2-OH$  ) și aluminat de stronțiu dopat cu europiu și dysprosiu (  $SrAl_2O_4:Eu,Dy$  ) care se caracterizează prin timp de fosforescență în intervalul 2-4 ore și stabilitate fizico-chimică ridicată.



*Signature*

## Revendicări

1. Compozit fosforescent sub forma de pulberi pe bază de aluminat de stronțiu dopat cu Eu și Dy (în concentrații de 1 mol%, 2 mol %), cu dimensiuni de 5-10 micrometri și poli-  
etilentereftalat (PET), caracterizat prin aceea că: structura acestuia este de tip „miez-coajă”, dimensiunile particulelor de compozit sunt cuprinse în intervalul 10-20 micrometri, prezentând un indice de transparență de 70-80 %, temperatură de topire 250-260°C și un conținut masic de aluminat de stronțiu cuprins în intervalul 30-70 %.
2. Procedeu de obținere a compozitului sub formă de pulbere caracterizat prin aceea că utilizează PET cu densitatea de 1,30-1,40 g/mL, sub formă de granule sau fulgi cu o vâscozitate relativă în fenol:tetraclorețan (raport volumic 3:2) de 700-950, care este supus dizolvării în alcool benzilic la o temperatură de 205°C, sub agitare energetică timp de 4-6 ore fiind apoi răcit la 190°C, urmată de întreruperea agitării și introducerea aluminatului de stronțiu cu densitate 3,62-3,64 g/mL și dimensiunea particulelor de 5-10 micrometri, reluarea agitării timp de 10-15 min. după care se inițiază răcirea bruscă a masei de reacție și omogenizarea concomitentă a acesteia prin barbotare de azot.

