



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 01106**

(22) Data de depozit: **12.11.2010**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.07.2013** BOPI nr. **7/2013**

(41) Data publicării cererii:
28.10.2011 BOPI nr. **10/2011**

(73) Titular:

- **ACADEMIA ROMÂNĂ - INSTITUTUL DE CHIMIE FIZICĂ "ILIE MURGULESCU"**, SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- **INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU INGINERIE ELECTRICĂ ICPE- CA**, SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN BUCUREȘTI**, STR.GHEORGHE POLIZU NR.7, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

- **CARP OANA**, STR. VIITORULUI NR.197, BL.42 B, ET.7, AP.28, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- **VIȘINESCU DIANA BEATRICE**, STR.GENERAL EREMIA GRIGORESCU NR.22, BL.58, AP.27, PLOIEȘTI, PH, RO;
- **SOCOTEANU GRETA MIHAELA**, ALEEA PLATANULUI NR.2, BL.A 29, SC.1, AP.1, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;

- **JURCA ALINA**, BD.TIMIȘOARA NR.83, BL.D 35, SC.1, AP.7, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- **TUĐOȘE MĂDĂLINA**, CALEA 13 SEPTEMBRIE NR.235, BL.V 3, SC.1, ET.3, AP.14, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
- **JURCA BOGDAN**, BD.TIMIȘOARA NR.83, BL.D 35, SC.1, AP.7, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- **MAZILU CLAUDIU OCTAVIAN**, STR.PREVEDERII NR.17, BL.R 13, SC.A, ET.4, AP.17, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **ȘTEFĂNESCU CARMEN**, STR.BABA NOVAC NR.22, BL.24 C, SC.B, AP.64, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **CUCOS ANDREI**, ALEEA BARAJUL DUNĂRII NR.4 B, BL.21 B, SC.1, AP.1, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **BUDRUGEAC PETRU**, STR.STOIAN MILITARU NR.101, BL.3, SC.E, ET.3, AP.48, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- **IANCULESCU ADELINA-CARMEN**, STR.ODOBEȘTI NR.5, BL.Z 1, SC.1, ET.3, AP.14, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:

- GB 2113666 A; WO 2009/011520 A2; FR 2106033**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNOR OXIZI METALICI COMPLECȘI**



RO 126757 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a oxizilor metalici simpli și complecși,
utilizați în sinteza anorganică.

3 Sunt cunoscute mai multe procedee de sinteză a materialelor oxidice, metalice,
simple și complexe, procedee în stare solidă, precum metoda ceramică descrisă de S. K.
5 Samath și J. F. Cordaro, în *J. Am. Ceram. Soc.*, 81 (1998) 649-54 și procedeele umede care
au loc în soluție, precum metoda precipitării descrisă de M. A. Valenzuela, P. Bosch, P.
7 Aguilar-Rios, G. Montoya și I. Schifter în *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 8 (1997) 107, sol-gel,
descrisă de X. Duan, D. Yuan, X. Wang, H. Xu în *J. Sol Gel. Sci. Technol.*, 35 (2005) 221-24
9 și hidrotermală, descrisă de J. Wrzyszc, M. Zawadzki, J. Trwcyfyski, H. Grabowska și W.
Mista, în *Appl. Catal. A: Gen.*, 210 (2001) 263-269.

11 Dezavantajele procedurii ceramic, ce utilizează materiile prime în stare solidă, sunt
considerabile, derivând din necesitatea utilizării unor tratamente termice, dure, de calcinări
13 la temperaturi mai mari de 800°C, timp de mai multe ore, și au fost evidențiate de W. S.
Hong, L. C. De Jonghe, X. Yang și M. N. Rahaman în *J. Am. Ceram. Soc.*, 78 (1995) 3217.
15 Acest procedeu nu poate realiza un control al stoichiometriei produsului oxidic obținut,
acesta fiind neomogen, caracterizat de dimensiuni micronice și de o suprafață specifică
17 mică, improprie unor aplicații importante precum cataliza.

 Procedeele pe cale umedă, deși pot conduce la obținerea unor pulberi oxidice
19 nanometrice sau submicronice la temperaturi egale sau mai mari de 400°C, pulberi
caracterizate în general de valori mari ale suprafeței specifice, au ca principal dezavantaj
21 folosirea, ca materii prime și solvenți, a unor substanțe toxice și totodată scumpe, conform
S. Kurajica, E. Tkalcec, J. Sipusic, G. Matijasic, I. Brnardic și I. Simcic, *J. Sol Gel. Sci.*
23 *Technol.*, 48 (2008) 152-60.

 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor oxizi metalici,
25 simpli sau complecși, cu dimensiuni nanometrice și suprafețe specifice mari, utilizând materii
prime din surse bioregenerabile și un consum redus de energie.

27 Procedeu de obținere a unor oxizi metalici, complecși, conform invenției, înlătură
dezavantajele menționate, prin aceea că se obține un precursor metal-zaharidă, prin reacția
29 în mediu apos, sub agitare și încălzire la 100°C, timp de 0,5...3 h, a unui amestec de săruri
metalice, selectat dintre azotat de aluminiu și acetat de zinc sau azotat de aluminiu, acetat
31 de zinc și acetat de nichel cu amidon, gelul uscat fiind ulterior uscat și calcinat la 800°C, timp
de 1...5 h, rezultând oxizii corespunzători.

33 Prin procedeu conform invenției, se obțin oxizi cu dimensiuni nanometrice și
suprafețe specifice mari, printr-un procedeu simplu și rapid, fiind eliminate dezavantajele
35 folosirii unor materii prime și solvenți, scumpi și toxici, cât și a unor tratamente termice
îndelungate, la temperaturi ridicate.

37 Utilizarea polizaharidelor, în sinteza materialelor oxidice, reprezintă o cale de folosire
a resurselor naturale bioregenerabile, eliminând folosirea materiilor prime scumpe și toxice.

39 Procedeu de obținere a oxizilor metalici simpli și complecși propune folosirea, ca
sursă de metale, săruri ale acestora, de tipul acetat, azotați, sulfați etc., și a carbohidraților
41 de tip polizaharidă, ca agenți de coordonare, încapsulare, stabilizare, gelifiere și template a
cationilor metalici. Astfel, carbohidrații pot fi selectați dintre amidon, metilceluloză, dextran,
43 alginat, caragenan etc. Sinteza se efectuează în mediu apos, la temperaturi egale sau mai
mari de 400°C, timp de 1...10 h. Oxizii obținuți au dimensiuni ale particulelor de până la
45 400 Å și suprafețe specifice mai mari de 10 m²/g.

 În continuare, se prezintă 2 exemple de realizare a invenției.

RO 126757 B1

Exemplul 1. 3,75 g de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 1,0975 g de $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ și 1 g de amidon sunt introduse în 5...25 ml de H_2O . Soluția se omogenizează prin agitare la rece timp de ½...3 h, după care temperatura de reacție este ridicată la 100°C, timp de 1...6 h. Produsul solid, obținut sub formă de gel, este uscat în exicator de vid, apoi calcinat la 800°C, timp de 1...5 h. Oxidul final, rezultat, este ZnAl_2O_4 .

Exemplul 2. 3,75 g de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 0,6585 g de $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 0,49735 g $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ și 1 g de amidon sunt introduse în 5...25 ml de H_2O . Soluția se omogenizează prin agitare la rece, timp de ½...3 h, după care temperatura de reacție este ridicată la 100°C, timp de 1...6 h. Produsul solid, obținut sub formă de gel, este uscat în exicator de vid, apoi calcinat la 800°C, timp de 1...5 h. Oxidul final, rezultat, este $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,6}\text{Al}_2\text{O}_4$.

RO 126757 B1

1

Revendicare

3

Procedeu de obținere a unor oxizi metalici, complecși, **caracterizat prin aceea că** se obține un precursor metal-zaharidă, prin reacția în mediu apos, sub agitare și încălzire la 100°C, timp de 0,5...3 h, a unui amestec de săruri metalice, selectat dintre azotat de aluminiu și acetat de zinc sau azotat de aluminiu, acetat de zinc și acetat de nichel cu amidon, gelul fiind ulterior uscat și calcinat la 800°C, timp de 1...5 h, rezultând oxizii corespunzători.

7



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 668/2013