



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2007 00300

(22) Data de depozit: 03.05.2007

(41) Data publicării cererii:
30.12.2011 BOPI nr. 12/2011

(71) Solicitant:
• 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;

• LĂZĂU CARMEN, STR.AEROPORT NR.1,
SC.A, AP.13, TIMIȘOARA, TM, RO;
• VLĂZAN PAULINA, STR.GHEORGHE
OSTROGOVICH NR.12, BL.115, AP.12,
TIMIȘOARA, TM, RO;
• NOVACONI ȘTEFAN-DĂNICĂ,
STR.EUGEN POP, BL.E13, SC.A, ET.3,
AP.10, TIMIȘOARA, TM, RO;
• MOCANU LIVIU- LUCIAN,
STR.CRIZANTEMELOR NR.13, SC.C,
AP.14, ORȘOVA, MH, RO

(54) **PROCEDEU DE SINTEZĂ A MATERIALELOR
NANOCRISTALINE ÎN CÂMP ULTRASONIC, PRIN
IMERSAREA SONOTRODEI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de sinteză a materialelor nanocristaline oxidice, pure sau dopate cu diferiți ioni, în câmp ultrasonic. Procedeu conform invenției se efectuează, în mediu lichid, prin metoda hidrotermală în câmp ultrasonic, la temperatură de

autoclavare de 150...250°C, presiune cuprinsă între 20 și 100 bari, timp de 0,5...2 h, prin imersarea sonotrodei în mediul de sinteză.

Revendicări: 1



PROCEDEU DE SINTEZA A MATERIALELOR NANOCRISTALINE IN CAMP ULTRASONIC, PRIN IMERSAREA SONOTRODEI

Domeniul tehnic: sinteza de materiale noi

Nanomaterialele, pure sau dopate, sunt de o foarte mare importanta si utilitate in aproape domeniile de activitate datorita proprietatilor lor speciale, diferite fata de ale aceluasi tip de material de dimensiuni mari. Se pune un accent deosebit pe diversificarea sau imbunatatirea, atat a materialelor obtinute, cat si a metodelor si tehnicilor de sinteza ale acestora.

Metoda hidrotermala activata in camp ultrasonic prin utilizarea unei instalatii descrise in cererea de brevet nr. A / 00101 – 14.02.2007 ofera o alternativa foarte importanta in comparatie cu alte metode similare sau alternative datorita reducerii semnificative a timpului de sinteza si a puterii injectate in sistem.

Inventia se refera la un procedeu de obtinere a nanocristalelor oxidice nedopate sau dopate cu diferiti ioni metalici sau nemetalici, in mediu lichid, la temperaturi cuprinse intre 150 si 250⁰C si presiuni cuprinse intre 20 si 100 barr, utilizate in procesele de fotocataliza, senzoristica, energetica solara, etc. Aceste aplicatii necesita un control riguros al dimensiunilor si proprietatilor morfostructurale ale acestor materiale.

Se cunosc procedee pentru sinteza hidrotermala prin procedeul clasic a nanocristalelor oxidice in solutii acide sau bazice, la diferite temperaturi si grade de umplere a incintei de sinteza. Dezavantajele acestei metode constau in aceea ca procesul de sinteza necesita prezenta unor aditivi, timpul de sinteza este lung, cu consum mare de energie, dimensiunea particolelor este situata in afara domeniului nanometric, dispersia dimensionala a particolelor este mare, iar calitatea materialului obtinut este scazuta.

Procedeul de obtinere a nanocristalelor oxidice conform inventiei, inlatura dezavantajele mentionate mai sus prin aceea ca se pot obtine materiale de calitate superioara cu un consum redus de energie si timp, in lipsa aditivilor de sinteza care ulterior trebuie indepartati prin diverse procedee post autoclavare, pe baza aparitiei in mediul de sinteza din incinta, in prezenta campului ultrasonic generat de o sonotroda imersata, a cavitatiei, care consta in producerea unor bule in interiorul carora temperaturile si presiunile sunt mult superioare celor din exteriorul lor, stimuland astfel procesul de cristalizare si dispersia dimensionala a nanoparticulelor.

Procedeeul conform inventiei prezinta avantajul ca se obtin nanomateriale de calitate superioara, cu dimensiune, faza cristalina, omogenitate dimensionala si proprietati noi sau imbunatatite, controlate, cu un consum de energie si timp reduce, utilizand o sonotroda introdusa in mediul de sinteza care stimuleaza procesele de reactie prin ultrasonare in situ, in timpul procesului de autoclavare.

Un alt avantaj al metodei este acela ca poate fi sintetizata o gama larga de materiale nanocristaline obtenabile prin sinteza hidrotermala.

Se da in continuare un exemplu de realizare a inventiei referitor la sinteza nanocristalelor de TiO_2 dopat cu ioni de Au, Pt, Ag, Fe, N, etc.:

Precursorii utilizati in sinteza TiO_2 pot fi: tetraclorura de titan, izopropoxid de titan, acid oxalic, acid citric, acid clorhidric, hidroxid de amoniu. In functie de mediul de reactie care poate fi acid sau bazic se utilizeaza precursori specifici. Precursorii se amesteca intr-un pahar Berzelius pe agitatorul magnetic. Se ajusteaza pH-ul solutiei in functie de protocolul retetei. Precipitatul obtinut este introdus in autoclava de teflon care se introduce in autoclava metalica. Se introduce cu foarte mare atentie sonotroda respectand conditiile de etansietate, se seteaza temperatura de autoclavare si timpii de ultrasonare.

Datorita procesului de cavitate generata in situ se reduce timpul si temperatura de sinteza. Daca in tratarea hidrotermala clasica timpul necesar obtinerii nanocristalelor de dioxid de titan este de 12 - 36 ore, iar temperatura necesara cristalizarii de peste $250^{\circ}C$, in tratarea hidrotermala asistata ultrasonic prin imersarea sonotrodei timpii de sinteza se reduc la 0,5 - 3 ore in functie de dimensiunile proiectate ale nanoparticolelor, iar temperatura asigurata din exterior este de pana la $150^{\circ}C$, in functie de gradul de cristalizare dorit.

S-au obtinut nanocristale de TiO_2 dopate cu ioni de Fe, Ag, Au, Pt. Pentru ionii metalici s-au utilizat urmatoorii precursori: azotat de fier ($Fe(NO_3)_3$), azotat de argint ($AgNO_3$), acid tetracloroauric (Cl_4HAu), si acid hexacloroplatinic (Cl_6H_2Pt).

S-a realizat tratatrea hidrotermala clasica si, comparative, in camp ultrasonic. Materialele obtinute in camp ultrasonic au prezentat o dispersie dimensionala net superioara celor obtinute hidrotermal classic caz in care, dispersia dimensionala este mare. De asemenea, temperaturile si timpii de sinteza in camp ultrasonic sunt reduce.

Revendicari:

Procedeu de obtinere a unor materiale nanocristaline oxidice nedopate sau dopate cu diferiti ioni metalici sau nemetalici cu proprietati controlate in mediu lichid, prin metoda hidrotermala in camp ultrasonic, la temperaturi si timpi de autoclavare redusi, prin imersarea sonotrodei in mediul de sinteza.