



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2010 01386

(22) Data de depozit: 22.12.2010

(41) Data publicării cererii:
29.06.2012 BOPI nr. 6/2012

(71) Solicitant:
• ACADEMIA ROMÂNĂ - INSTITUTUL DE
CHIMIE FIZICĂ "ILIE MURGULESCU",
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• SOMACESCU SIMONA,
ȘOS.PANTELIMON NR.231, BL.69, SC.B,
ET.7, AP.78, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B,
RO;
• PÂRVULESCU VIORICA,
STR.PICTOR ȘTEFAN DUMITRESCU NR.4,
BL.19, SC.3, ET.5, AP.76, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDEU DE SINTEZĂ A OXIZILOR MEZOSTRUCTURAȚI
CU PROPRIETĂȚI ELECTROCATALITICE PENTRU
ELECTROZII PILELOR DE COMBUSTIE SOFC

(57) Rezumat:

Invenția se referă la niște oxizi mezostructurați, binari și ternari, folosiți pentru fabricarea electrozilor pilelor de combustie cu electrolit solid tip SOFC, și la un procedeu de sinteză a acestora. Oxizii conform invenției prezintă nanoparticule de solid cu dimensiuni cuprinse între 6...10 nm, au structură cristalină, morfologie sferică și un grad ridicat de uniformitate a dimensiunilor, solidele au o structură poroasă cu un grad redus de ordonare, formată din mezopori, porii având o distribuție îngustă și un diametru mediu cuprins în intervalul 2...8 nm, iar suprafața specifică este cuprinsă între 100...150 m²/g. Procedeu conform invenției constă în organizarea fazelor prin dispersarea surfactanților în apa bidistilată, adăugarea precursorilor metalici astfel ca raportul molar metal/ surfactant să varieze între 2...4, omogenizare și inițierea unui proces de hidroliză prin adăugarea de uree, raportul surfactant/uree fiind menținut la valoarea de 0,05, după adăugarea ureei temperatura de lucru se ridică la 40...80°C și se menține timp de 4...8 h, procesul de gelifiere fiind inițiat prin reglarea pH-ului la valorile 9 sau 10, folosind 25% soluție apoasă de hidroxid de tetrametil amoniu, după un timp de

maturare la temperatură ambiantă, de 6...24 h, se realizează tratamentul hidrotermal la temperaturi cuprinse între 80...120°C, timp de 1...4 zile, precipitatul obținut se filtrează și se spală cu apă distilată, se usucă timp de 12 h la 100°C, se calcinează la 550°C timp de 8 h, într-un flux de azot urmat de un flux de aer.

Revendicări: 5
Figuri: 3

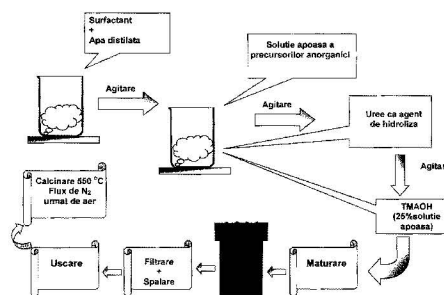


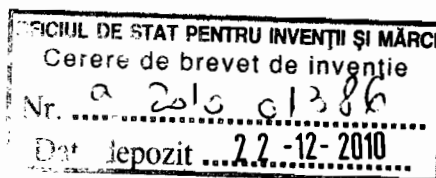
Fig. 3



64

**Procedeu de sinteza a oxizilor mezostructurati cu proprietati electrocatalitice
pentru electrozii pilelor de combustie SOFC**

Descriere



Inventia se refera la procedeu de sinteza a oxizilor mezostructurati, binari si ternari pentru electrozii pilelor de combustie cu electrolit solid (SOFC). Materialele oxidice conform inventiei sunt materiale mezostructurate, cristaline, cu suprafete specifice mari, distributii inguste ale dimensiunilor porilor si nanoparticulelor care formeaza solidul. Oxizii mezostructurati obtinuti au proprietati catalitice si electrocatalitice putand fi utilizati ca electrozi in pilele de combustie cu electrolit oxid solid (SOFC). Utilizarea nanomaterialelor in domeniul pilelor de combustie ofera solutii pentru rezolvarea unor probleme majore ale acestora, cum este aceea a reducerii temperaturii de formare a fazei active, respectiv a temperaturii de operare cu 400°C pana la 600°C. Materialele nanostructurate obtinute prin modelarea structurii in timpul sintezei prezinta proprietati specifice care au permis largirea domeniilor lor de aplicabilitate.

De la comunicarea Companiei Mobil Oil in 1992 privind sinteza materialelor cristaline cu pori largi si un aranjament hexagonal ordonat al acestora, asa cum este descrisa in brevetele **US5098684** respectiv **US5102643**, silicea mezoporoasa cu structura periodica (PMS) si oxizii metalici mezoporosi au atras mult atentia asupra cercetatorilor in domeniul stiintei materialelor si catalizei. Sinteza acestor materiale implica autoorganizarea particulelor oxidice in prezenta unui agent organizator (surfactant) care poate fi ionic (ex. clorura de cetiltrimetilamoniu-CTBA) sau neionic (ex. amine primare precum hexadecilamina sau polietilenoxizi -EO). Materialele obtinute prezinta nanoparticule cu volum de pori, suprafete specifice ridicate si un anumit grad de ordonare al porilor. Valorile ridicate ale raportului suprafata volum confera acestor materiale proprietati noi sau o imbunatatire a proprietatilor prezentate in conditiile metodelor conventionale de sinteza. S-au evidentiat astfel proprietati optice, electrice si catalitice superioare.

Brevetul **US 20070256978A1** descrie procedeu de obtinere a oxizilor metalici respectiv oxizilor micsti cu structura de mezopori de tipul : TiO_2 , ZrO_2 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 , Al_2O_3 , SiO_2 , WO_3 , SnO_2 , HfO_2 , $SiAlO_{3.5}$, $SiAlO_{5.5}$, $AlTiO_5$, $ZrTiO_4$, $SiTiO_4$, utilizand surfactanti neionici de tipul bloc-copolimerilor ca agenti de directionare a structurii. Procedeu prezinta un cost scazut, nu

este toxic iar bloc-copolimerii amfifili poly(alchil-oxid) sunt biodegradabili si pot fi folositi ca agenti de directionare a structurii prin organizarea acestora in solutii neapoase pentru formarea structurii poroase continand speciile metalice. Astfel de oxizi metalici mezoporosi au fost obtinuti prin dizolvarea a 1 g de surfactant ionic de tip bloc-copolimer: $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2)_x(\text{CH}_2-2\text{CH}(\text{CH}_3\text{O}))_2y(\text{CH}_2\text{CH}_2)_x\text{H}(\text{EO}_x-\text{PO}_y-\text{EI}_x)$ sau $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2)_x(\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3\text{CH}_2)\text{O})_y\text{H}(\text{EO}_x-\text{BO}_y)$ in 10 g etanol, urmata de adugarea solutiei apoase a precursorilor anorganici sub agitare puternica. A urmat procesul de gelifiere la temperaturi cuprinse in intervalul 40-60 °C, in aer. Gelul a fost calcinat la 400 °C timp de 5h pentru indepartarea surfactantului. Pentru oxizii micsti calcinarea s-a facut la 600 °C timp de 4h, iar pentru WO_3 temperatura de 300 °C a fost suficienta pentru definitivarea structurii poroase. Astfel s-au obtinut materiale oxidice mezoporoase care prezinta pereti grosi ai porilor, conferind acestora stabilitate termica si chimica, o distributie larga a dimensiunilor porilor (3.5-14 nm), procedeul putand fi aplicat pentru o gama larga de materiale oxidice. Oxizii mezoporosi, simplii SnO_2 , WO_3 si micsti SiTiO_4 , ZrTiO_4 respectiv AlTiO_5 au fost sintetizati pentru prima data prin procedeul descris in Brevetul **US 20070256978A1**. De asemenea acelasi brevet pune in evidenta, pentru prima data, formarea nanocrystalitelor si a retelei mezoporoase formate in ZrO_2 , TiO_2 , SnO_2 si WO_3 .

Pille de combustie cu electrolit oxid solid (SOFC) sunt alcatuite din anasambluri de trei straturi Catod-Electrolit-Anod si convertesc energia chimica in energie electrica in urma reactiilor chimice care au loc la cei doi electrozi. Functia catodului este aceea de a facilita reducerea moleculelor de oxigen la O^{2-} transportand electronii la interfata electrod electrolit si permitand difuzia gazului spre, si de la aceasta interfata. Electrolitul este un strat foarte dens de oxid de ytriu stabilizat cu 8% oxid de zirconiu (YSZ), sau oxid de ceriu dopat cu gadolinu si strontiu (CGS) si are rolul de a transporta numai ionii de oxigen. Functia anodului este aceea de a facilita oxidarea combustibilului si transportul electronilor de la electrolit la interfata electrod/combustibil. De aceea oxizii utilizati ca anodi in pilele de combustie trebuie sa prezinte o foarte buna porozitate si suprafete specifice mari, intrucat pentru cresterea performantelor celulei este necesara prezenta unui numar mare de centri activi dar si o foarte buna dispersare a acestora in matricea oxidica. Oxizii utilizati frecvent sunt de tip NiO-YSZ sau CeO_2 -YSZ. In general metoda de sinteza presupune initial obtinerea YSZ poros, urmata de impreganarea cu solutii apoase de saruri de Ni respectiv Ce, asa cum este descrisa in brevetul **US 2003211381 (A1)**. Materialele oxidice de acest tip au fost testate in pile de combustie cu rezultate promitatoare.

Introducerea ceriului la anod conduce la o crestere a performantelor celulelor care functioneaza cu cele doua tipuri de combustibil (hidrogen si hidrocarbura). Gorte si col. au testat performantele anozilor de tip Cu/CeO₂-YSZ si NiO-YSZ in pile care utilizeaza drept combustibil hidrocarburi, asa cum este redat in cererile de brevete **WO2004062006 (A1)**, **WO2008008409 (A2)** si **WO 03105252 (A2)**.

Oxizii mai sus mentionati prezinta inconvenientul obtinerii doar a oxizilor simpli si micsti ai metalelor tranzitionale cu disitributii relativ largi ale dimensiunilor porilor. Pe de alta parte in cazul impregnarii gradul de omogenitate al componentei care se impregneaza este redus, producandu-se astfel aglomerari de particule. In consecinta scade numarul centrilor activi si implicit scad performantele celulei.

Oxidul binar Y₂O₃-ZrO₂ este unul dintre materialele cele mai utilizate pentru pilele de combustie datorita proprietatilor conductoare. Aceste proprietati au fost imbunatatite prin modificarea compozitiei – introducerea oxidului de ceriu prin sinteza directa. In cazul utilizarii oxizilor ca material anodic s-au adaugat metale precum Ni sau Cu in stare oxidica si s-au redus in atmosfera reductoare a anodului. Adaugarea acestor metale a avut scopul de a se mari atat conductivitatea cat si activitatea catalitica.

Oxizii enumerati prezinta dezavantajul temperaturilor ridicate de exploatare (1000 °C) datorita valorilor scazute ale conductivitatii si activitatii catalitice la temperaturi mai scazute (600 °C) sau medii (800 °C).

Oxizii mezotstructurati, conform inventiei inlatura dezavantajele mentionate prin aceea ca permit obtinerea directa de oxizi binari si ternari, cu grad de omogenitate ridicat, disitributii inguste ale dimensiunilor porilor, o foarte buna dispersie a componentei active. Microstructura anodului este caracteristica dominanta ce guverneaza activitatea acestuia in celula de combustie. Aceasta indica faptul ca un rol foarte important este jucat de cataliza si sugereaza necesitatea cresterii activitatii catalitice a anodului pentru a mari performantele celulelor de combustie care utilizeaza combustibil de tip hidrocarbura. CeO₂ este un oxid cu proprietati catalitice si conductoare. Modificarea acestuia cu alti oxizi ai lantanidelor imbunatateste aceste proprietati, intrucat induce un numar mai mare de vacante de oxigen. Oxidul de ceriu este binecunoscut ca un adevarat rezervor de oxigen, prezenta celor doua stari de oxidare Ce³⁺, respectiv Ce⁴⁺ favorizand cresterea activitatii catalitice.

Oxizii binari sau ternari mezostructurati cu proprietati conductoare si catalitice, sintetizati conform inventiei prezinta o singura faza cristalina, cu omogenitate ridicata si dimensiuni de particula la scara nano, ceea ce confera activitate catalitica si conductivitate ridicata la temperaturi de 500-600°C.

Procedeul de sinteza conform inventiei prezinta urmatoarele avantaje:

- ✓ reducerea dimensiunilor particulelor oxidice de la micro la nano.
- ✓ rezolva cu succes probleme aparute in cadrul metodelor clasice in care faza activa se obtine la temperaturi de peste 1000 °C datorita dimensiunilor particulelor la nivel micro si a gradului ridicat de neuniformitate datorat aglomerilor de particule.
- ✓ metoda permite amestecarea precursorilor la nivel molecular ceea ce conduce la formarea fazelor active la temperaturi la 500-600 °C.
- ✓ se obtin nanoparticule cu activitate catalitica si conductivitate superioare materialelor la scara micro.
- ✓ oxizii binari si ternari obtinuti prezinta o singura faza cristalina, structura cubica, stabila, de tip fluorit, evidentiata prin difractogramele de raze X (Figura 1) dar si o structura de mezopori cu un anumit grad de ordonare evidentiata prin difractie de raze X la unghiuri mici (Figura 2).
- ✓ materialele obtinute prezinta mezopori cu distributii inguste a dimensiunilor, suprafete specifice mari dar si structura cristalina cubica de tip fluorit ceea ce le confera stabilitate in timp.

Procedeul de sinteza a oxizilor mezostructurati – metoda autoasamblarii asistata de surfactanti asociata cu tratamentul hidrotermal - conform inventiei consta in organizarea fazelor prin dispersarea surfactantilor in apa bidistilata, adaugarea precursorilor anorganici astfel ca raportul molar metal/surfactant sa varieze intre 2-4, omogenizarea si initierea unui proces de hidroliza prin adaugarea de uree, raportul surfactant/uree fiind mentinut la valoarea 0.05. Dupa adaugarea ureei temperatura de lucru se ridica la valori cuprinse intre 40-80°C, timp de 4-8h. Procesul de gelifiere a fost initiat prin reglarea pH-ului la valori cuprinse intre 9 si 10 folosind o solutie apoasa a unei sari cuaternare de amoniu (25% solutie apoasa de hidroxid de tetrametil amoniu (TMAOH)). Dupa un timp de maturare la temperatura ambianta de 6-24 h s-a realizat tratamentul hidrotermal la temperaturi cuprinse intre 80 si 120 °C timp de 1-4 zile. Precipitatul

obtinut a fost filtrat si spalat cu apa distilata, uscat la 100 °C timp de 12 ore si calcinat la 550 °C timp de 8h in flux de azot urmat de aer.

Procedeul de sinteza conform inventiei, asa cum este redat in Figura 3, consta in patru etape determinante asupra structurii poroase si a gradului sau de organizare.

Etapa I: Dispersarea surfactantului in apa bidistilata proces in care se realizeaza premisele organizarii structurii poroase.

Etapa II: Hidroliza precursorilor anorganici si formarea speciilor a caror polimerizare in zona apoasa organizata de surfactant determina formarea peretilor cristalini si ordonarea porilor. Ca agent de hidroliza se foloseste ureea.

Etapa III: Formarea retelei oxidice prin pilicodensarea speciilor oxido-metalice in coditiile create de pH si electrolitul utilizat in procesul de maturare la temperatura mediului ambiant si temperatura de autoclavizare.

Etapa IV. Izolarea precipitatului si tratarea lui termica in scopul indepartarii solventilor si surfactantului precum si in scopul stabilizarii retelei cristaline.

Studiile efectuate pana in prezent au pus in evidenta, in cazul materialelor utilizate pentru electrozi, necesitatea unei conductii electronice si ionice precum si a activitatii catalitice, proprietati care sunt determinate de interfata metal-oxid metalic-faza gazoasa a reactantilor.

Prezenta inventie isi propune sinteza unor materiale mezostructurate cu activitate electrocatalitica si rezistivitate scazuta la transferul de sarcina sau al reactantilor si produsilor aflati in faza gazoasa. Proprietatile conductoare, electrocatalitice si catalitice ridicate sunt determinate de prezenta cationilor de Ce, Pr, Ni, a speciilor metalice de Ni si de distributia uniforma a acestora in reseaua cubica de tip fluorit a nanoparticulelor de oxid de zirconiu stabilizat cu oxid de ytriu. Procedeul de sinteza propus favorizeaza atat uniformitatea retelei si formarea speciilor active, conductivitatea ionica si electronica, activitatea electrocatalitica si catalitica precum si transferul reactantilor si produsilor. Toate aceste proprietati determina performantele pilelor de combustie si eficacitatea acestora.

Procedeul de obtinere a oxizilor mezostructurati cu proprietati electrocatalitice pentru pilele de combustie SOFC conform inventiei consta din metoda autoasamblarii asistata de surfactanti asociata cu tratamenetul hidrotermal. In scopul omogenizarii compozitiei la nivel molecular, a organizarii structurii poroase, a controlului dimensiunilor porilor, a cresterii volumului de pori si a suprafetei specifice in procesul de sinteza s-au utilizat surfactanti ionici de

tip bromura de cetiltrimetil amoniu (CTAB) si surfactanti neionici de tip bloc-copolimer (Tabelul 1).

Tabelul 1. Surfactanti neionici utilizati

| Denumire surfactant | Structura chimica | Notatie probe |
|---|-------------------------------|--|
| Pluronic F68- Polyoxyethylene-polyoxypropylene block copolymer- $(C_3H_6O.C_2H_4O)_x$, M = 8350 | | MxYZPL (oxizi ternari) CPxPL (oxizi binari Ce-Pr) (M = Ce, Ni) x = 5-20 %mol. |
| Brij 97 - Polyoxyethylene (10) oleyl ether- $C_{18}H_{35}(OCH_2CH_2)_nOH$, M = 330, 357, Brij® 52 average $M_n \sim 330$ Brij® O10 average $M_n \sim 709$ Brij® S10 average $M_n \sim 711$ Brij® 58 average $M_n \sim 1124$ | | MxYZBJ (oxizi ternari) CPxBJ (oxizi binari Ce-Pr) (M = Ce, Ni) x = 5-20 %mol |
| Poly(ethylene glycol)- <i>block</i> -poly(propylene glycol)- <i>block</i> -poly(ethylene glycol), M = , M = 1100, 1900, , 200, 2800, 8400 | | MxYZBK (oxizi ternari) CPxBK (oxizi binari Ce-Pr) (M = Ce, Ni) x = 5-20 %mol |
| Polyoxyethylene (n) tridecyl ether- $C_{13}H_{27}(OCH_2CH_2)_nOH$, n=6, 10, 12, 18 | $C_{13}H_{27}(OCH_2CH_2)_nOH$ | MxYZPO (oxizi ternari) CPxPO (oxizi binari Ce-Pr) (M = Ce, Ni) x = 5-20 %mol |

In scopul initierii procesului de gelifiere s-a utilizat ca agent de hidroliza uree iar pentru reglarea pH-ului si a interactiei precursor metalic-surfactant prin efect electrolit s-a utilizat solutia apaoasa a hidroxidului de tetrametil amoniu.

Conform inventiei s-au sintetizat urmatoarele sisteme oxidice: $\text{CeO}_2\text{-x\%PrO}_2$ ($x=5\text{-}90$), $\text{ZrO}_2\text{-8\%Y}_2\text{O}_3\text{-x\%CeO}_2$ ($x=5\text{-}20$), $\text{ZrO}_2\text{-8\%Y}_2\text{O}_3\text{-x\%NiO}$ ($x=5\text{-}20$).

Se dau in continuare exemple de realizare a inventiei.

Oxizi binari $\text{CeO}_2\text{-x\%PrO}_2$ ($x=5\text{-}90$)

Exemplul 1. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 1h de agitare se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 8.2 g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ reseptiv 0.87g $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3$, si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 40 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 24 h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 80 °C, timp de 4 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 2. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 30 min de agitare se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 8.2 g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ reseptiv 0.87g $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3$, si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 60 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 100 °C, timp de 2 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 3. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 5.6 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 70 ml apa distilata. Dupa 2 h de agitare se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 8.2 g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ reseptiv 0.87g $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3$, si se

continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 18 g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 60 °C timp de 8h. Se regleaza pH-ul la valoarea 10 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 10 h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 120 °C, timp de 1 zi. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 4. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2 h de agitare se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 8.2 g $Ce(NO_3)_3$ respectiv 0.87g $Pr(NO_3)_3$, si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 5. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 4.58 g $Ce(NO_3)_3$ respectiv 4.39g $Pr(NO_3)_3$, si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la

temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 6. Într-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternică 2.8 g bromură de cetiltrimetilamoniu în 70 ml apă distilată. După 2h de agitare se adaugă o soluție apoasă a precursorilor anorganici obținută prin dizolvarea a 8.2 g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ respectiv 0.87g $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3$, și se continuă agitarea timp de 2h, după care se adaugă 9g uree, ca agent de hidroliză și se crește temperatura la 80 °C timp de 8h. Se reglează pH-ul la valoarea 9 cu o soluție de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitarea timp de 6h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 80 °C, timp de 4 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și spălat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 7. Într-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternică 2.8 g bromură de cetiltrimetilamoniu în 50 ml apă distilată. După 2h de agitare se adaugă o soluție apoasă a precursorilor anorganici obținută prin dizolvarea a 8.2 g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ respectiv 0.87g $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3$, și se continuă agitarea timp de 2h, după care se adaugă 9g uree, ca agent de hidroliză și se crește temperatura la 80 °C timp de 4h. Se reglează pH-ul la valoarea 9 cu o soluție de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitarea timp de 12h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și spălat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Oxizi ternari $\text{ZrO}_2\text{-}8\%\text{Y}_2\text{O}_3\text{-}x\%\text{CeO}_2$ (x = 5- 20)

Exemplul 8. Într-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternică 2.8 g bromură de cetiltrimetilamoniu în 50 ml apă distilată. După 2h de agitare se adaugă o soluție apoasă a precursorilor anorganici obținută prin dizolvarea a 5.9g ZrOCl_2 , 1.3g $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$, respectiv

0.458g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la $80\text{ }^\circ\text{C}$ timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de $100\text{ }^\circ\text{C}$, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de $100\text{ }^\circ\text{C}$, timp de 12h, apoi calcinat la $550\text{ }^\circ\text{C}$ timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 9. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 5.6 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 70 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.9g ZrOCl_2 , 1.3g $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$, respectiv 0.458g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 18g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la $60\text{ }^\circ\text{C}$ timp de 8h. Se regleaza pH-ul la valoarea 10 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 24h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de $60\text{ }^\circ\text{C}$, timp de 4 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de $100\text{ }^\circ\text{C}$, timp de 12h, apoi calcinat la $550\text{ }^\circ\text{C}$ timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 10. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.57g ZrOCl_2 , 1.3g $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$, respectiv 0.916g $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la $80\text{ }^\circ\text{C}$ timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de $100\text{ }^\circ\text{C}$, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa

distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 11. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.2g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 1.374g $Ce(NO_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 12. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 3.6 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.2g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 1.374g $Ce(NO_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 11.5 g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 6h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 120 °C, timp de 1 zi. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 13. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 4.8g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 1.832g $Ce(NO_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de

hidroliza și se crește temperatura la 80 °C timp de 4h. Se reglează pH-ul la valoarea 9 cu o soluție de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitarea timp de 12h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și splalat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 14. Într-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternică 4.5g Brij97 în 50 ml apă distilată. După 2h de agitare se adaugă o soluție apoasă a precursorilor anorganici obținută prin dizolvarea a 5.57g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.916g $Ce(NO_3)_3$ și se continuă agitarea timp de 2h, după care se adaugă 9g uree, ca agent de hidroliza și se crește temperatura la 80 °C timp de 4h. Se reglează pH-ul la valoarea 9 cu o soluție de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitarea timp de 12h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și splalat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 15. Într-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternică 3g Poly(ethylene glycol)-*block*-poly(propylene glycol)-*block*-poly(ethylene glycol) în 50 ml apă distilată. După 2h de agitare se adaugă o soluție apoasă a precursorilor anorganici obținută prin dizolvarea a 5.57g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.916g $Ce(NO_3)_3$ și se continuă agitarea timp de 2h, după care se adaugă 9g uree, ca agent de hidroliza și se crește temperatura la 80 °C timp de 4h. Se reglează pH-ul la valoarea 9 cu o soluție de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitarea timp de 12h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și splalat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 16. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 1.58g Pluronic F68-Polyoxyethylene-polyoxypropylene block copolymer in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.57g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.916g $Ce(NO_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 17. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 4.5g Polyoxyethylene (6) tridecyl ether- $C_{13}H_{27}(OCH_2CH_2)_nOH$, $n=6$ in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.57g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.916g $Ce(NO_3)_3$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Oxizi ternari ZrO_2 -8% Y_2O_3 -x%NiO (x = 5- 20)

Exemplul 18. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.9g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.30g $Ni(NO_3)_2$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie

de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitare timp de 12h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și splălat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 19. Într-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternică 3.6 g bromură de cetiltrimetilamoniu în 80 ml apă distilată. După 1h de agitare se adaugă o soluție apoasă a precursorilor anorganici obținută prin dizolvarea a 5.9g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.30g $Ni(NO_3)_2$ și se continuă agitare timp de 4h, după care se adaugă 11.5 g uree, ca agent de hidroliză și se crește temperatura la 40 °C timp de 8h. Se reglează pH-ul la valoarea 9 cu o soluție de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitare timp de 6h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 80 °C, timp de 4 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și splălat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 20. Într-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternică 2.8 g bromură de cetiltrimetilamoniu în 50 ml apă distilată. După 2h de agitare se adaugă o soluție apoasă a precursorilor anorganici obținută prin dizolvarea a 5.57g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.613g $Ni(NO_3)_2$ și se continuă agitare timp de 2h, după care se adaugă 9g uree, ca agent de hidroliză și se crește temperatura la 80 °C timp de 4h. Se reglează pH-ul la valoarea 9 cu o soluție de hidroxid de tetrametilamoniu (soluție apoasă 25%) și se continuă agitare timp de 12h, reducând temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obținut este încărcat într-o autoclavă, pentru tratamentul hidrotermal și este lăsat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obținut astfel este filtrat și splălat cu apă distilată, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, în flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 21. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 30 min de agitare se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 5.57g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 0.613g $Ni(NO_3)_2$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 60 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 6h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 80 °C, timp de 4 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Exemplul 22. Intr-un pahar Berzelius se introduc sub agitare puternica 2.8 g bromura de cetiltrimetilamoniu in 50 ml apa distilata. Dupa 2h de agitare se adauga o solutie apoasa a precursorilor anorganici obtinuta prin dizolvarea a 4.87g $ZrOCl_2$, 1.3g $Y(NO_3)_3$, respectiv 1.227g $Ni(NO_3)_2$ si se continua agitarea timp de 2h, dupa care se adauga 9g uree, ca agent de hidroliza si se creste temperatura la 80 °C timp de 4h. Se regleaza pH-ul la valoarea 9 cu o solutie de hidroxid de tetrametilamoniu (solutie apoasa 25%) si se continua agitarea timp de 12h, reducand temperatura la temperatura camerei, pentru a favoriza procesul de maturare. Amestecul obtinut este incarcat intr-o autoclava, pentru tratamentul hidrotermal si este lasat la temperatura de 100 °C, timp de 3 zile. Precipitatul obtinut astfel este filtrat si splalat cu apa distilata, uscat la temperatura de 100 °C, timp de 12h, apoi calcinat la 550 °C timp de 6h, in flux de azot urmat de aer, pentru definitivarea structurii.

Revendicari

1. Procedul de sinteza permite sinteza de oxizi mezostructurati cu proprietati electrocatalitice **caracterizati prin aceea ca** prezinta nanoparticule de solid cu dimensiuni cuprinse intre 6-10 nm, si un grad ridicat de uniformitate a dimensiunilor, structura poroasa cu un anumit grad de ordonare formata din mezopori cu o distributie ingusta a dimensiunilor, diametrul mediu cuprins in intervalul 2-8 nm, iar suprafata lor specifica este cuprinsa intre 100 si 150 m²/g.

2. Procedu de sinteza a oxizilor mezostructurati, ternari si binari, definiti in revendicarea 1, **caracterizat prin aceea ca** permite sinteza amestecurilor oxidice prin sinteza directa si consta in organizarea fazelor prin dispersarea surfactantilor in apa bidistilata, adaugarea precursorilor anorganici astfel ca raportul molar metal/surfactant sa varieze intre 2-4, omogenizarea si initierea unui proces de hidroliza prin adaugarea de uree, raportul surfactant/uree fiind mentinut la valoarea 0.05. Dupa adugarea ureii temperatura de lucru se ridica la valori cuprinse intre 40-80°C, timp de 4-8h. Procesul de gelifiere a fost initiat prin reglarea pH-ului la valoarea 9 sau 10 folosind o solutie apoasa a unei sari cuaternare de amoniu (25% solutie apoasa de hidroxid de tetrametil amoniu (TMAOH)). Dupa un timp de maturare la temperatura ambienta de 6-20 h s-a realizat tratamentul hidrotermal la temperaturi cuprinse intre 80 si 120 °C timp de 1-4 zile. Precipitatul obtinut a fost filtrat si spalat cu apa distilata, uscat la 100 °C timp de 12 ore si calcinat la 550 °C timp de 6h in flux de azot urmat de aer.

3. Procedu de sinteza conform revendicarii 2, **caracterizat prin aceea ca** realizeaza organizarea fazelor cu ajutorul surfactantilor ionici si neionici controland astfel structura poroasa a oxizilor binari si ternari utilizati pentru electrozi in pilele de combustie SOFC.

4. Procedu de sinteza conforma revendicarii 2, **caracterizat prin aceea ca** realizeaza o dispersie omogena a modifierilor in structura oxidica suport obtinandu-se faze cristaline unice cu activitate electrocatalitica ridicata.

5. Procedu de sinteza conforma revendicarii 2, **caracterizat prin aceea ca** permite reducerea temperaturii de formare a fazelor active pentru electrozii pilelor de combustie SOFC reducand temperatura de functionare a acestora in domeniul considerat "temperatura joasa" (500-600 °C).

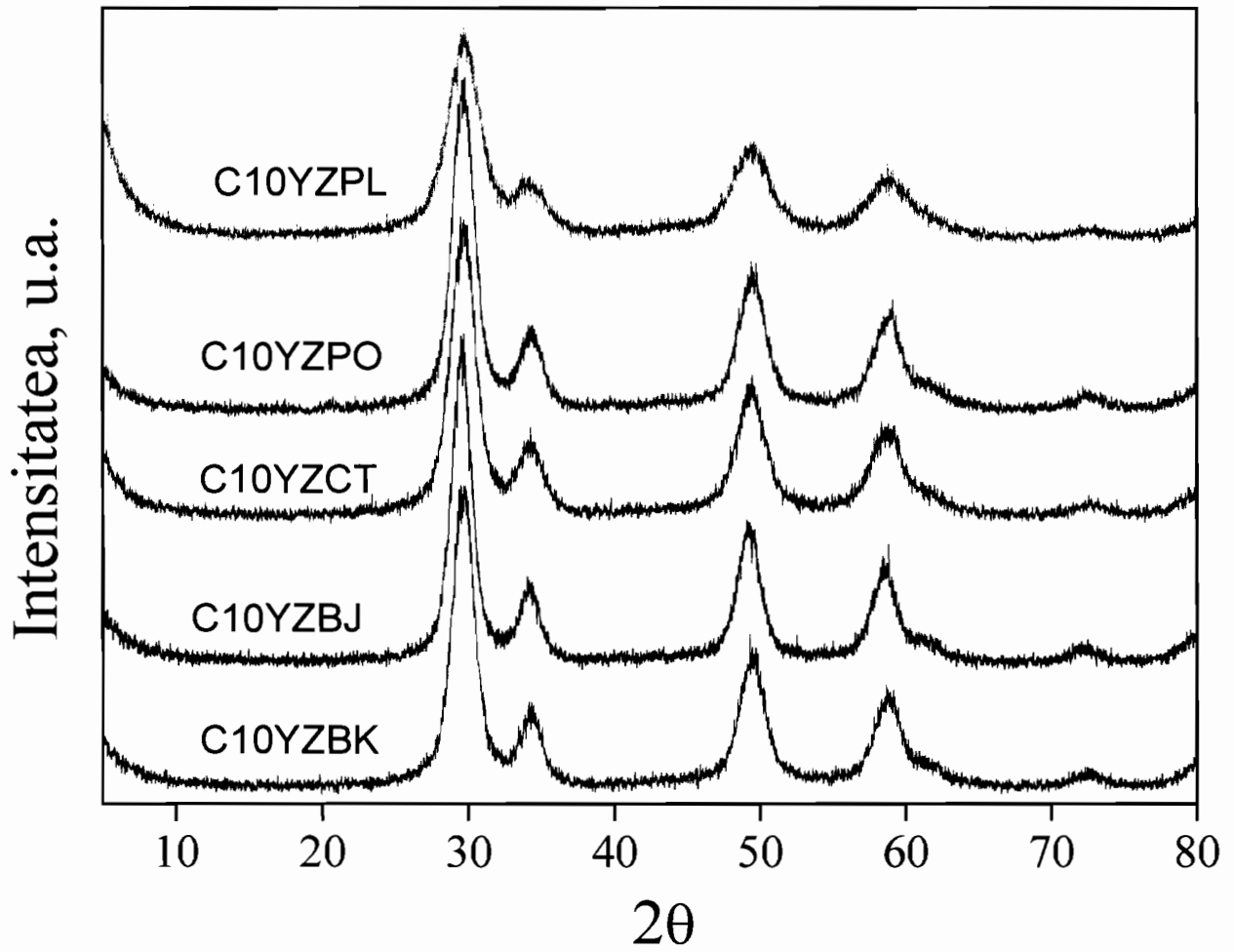


Figura 1. Difractogramele de raze X ale oxizilor ternari cu Ce (10% mol.) Y, Zr obtinuti cu diversi surfactanti

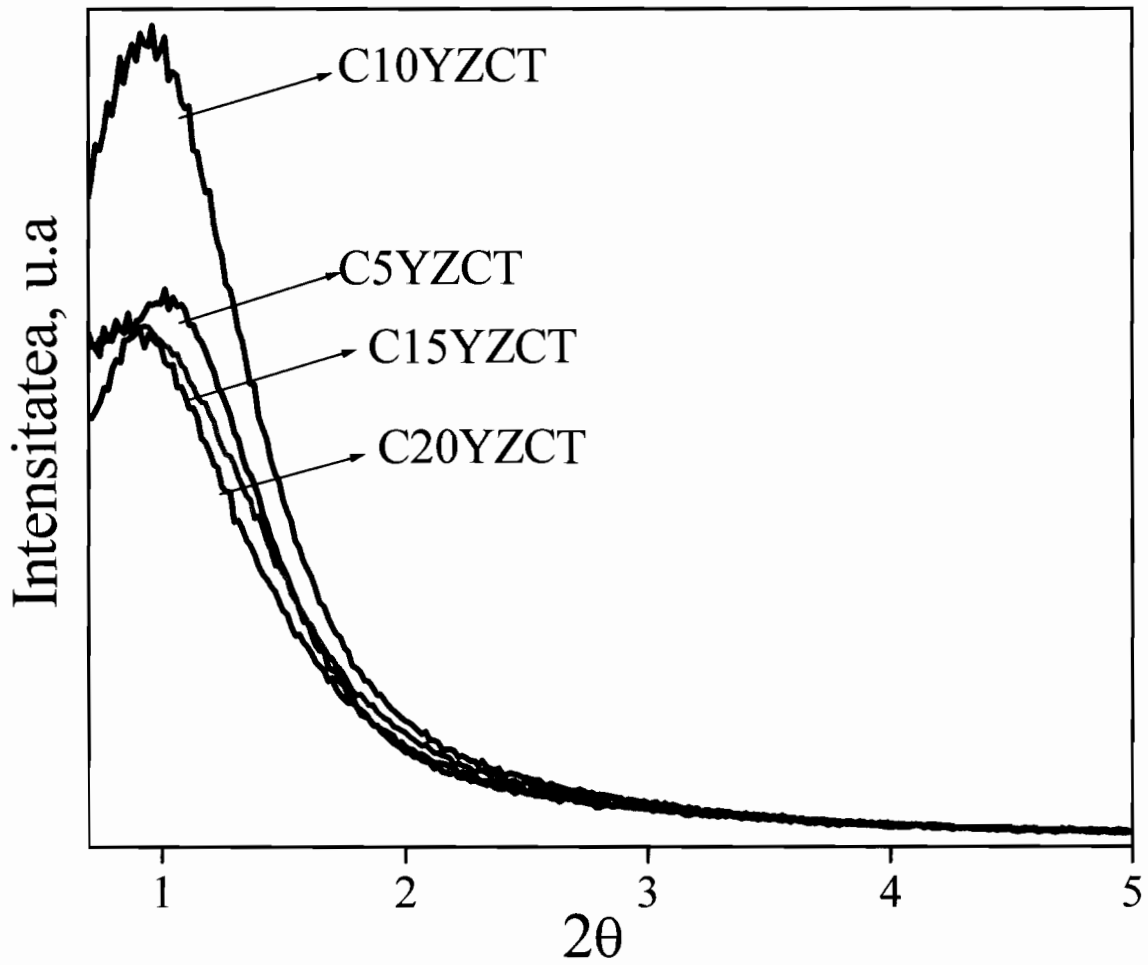


Figura 2. Difractogramele de raze X (unghiuri mici) ale oxizilor ternari de Ce (5-20 % mol.) Y, Zr obtinuti cu surfactant ionic (CTAB)

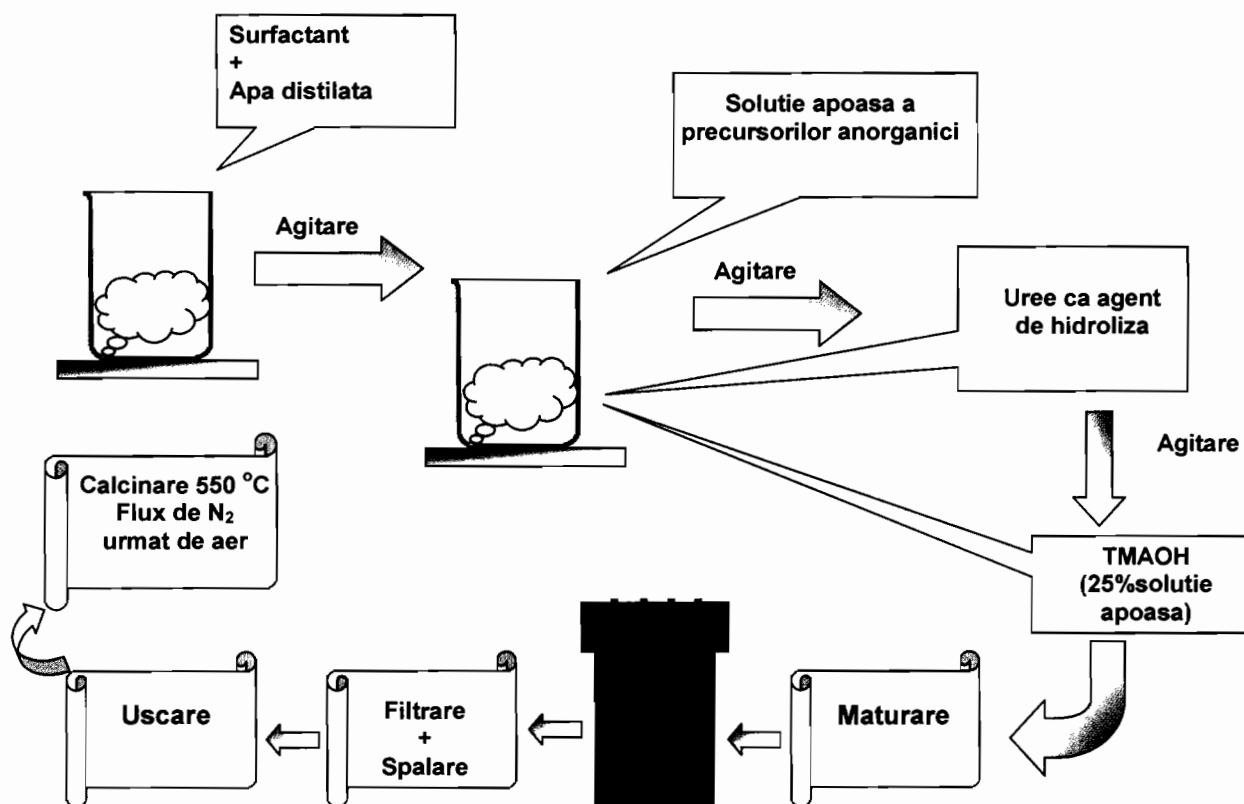


Figura 3. Reprezentarea schematica a procedului de obtinere a oxizilor mezostructurati