



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 00732**

(22) Data de depozit: **14/10/2016**

(41) Data publicării cererii:
27/04/2018 BOPI nr. **4/2018**

(71) Solicitant:
• **UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN
TIMIȘOARA, PIAȚA VICTORIEI NR.2,
TIMIȘOARA, TM, RO**

(72) Inventatori:
• **BĂNICĂ RADU NICOLAE, STR.HOREA
NR.180, DEVA, HD, RO;**
• **KELLENBERGER ANDREA ROZALIA,
STR. DOMINO NR. 13, MOȘNIȚA VECHIE,
TM, RO;**

• **URSU DANIEL HORAȚIU,
STR. LEV TOLSTOI NR. 13, AP. 19,
TIMIȘOARA, TM, RO;**
• **CSEH LILIANA, STR. ARIADNA NR. 14/A,
TIMIȘOARA, TM, RO;**
• **LINUL PETRICĂ ANDREI, NR. 194,
SAT BĂCĂINȚI, COMUNA ȘIBOT, AB, RO;**
• **VASZILCSIN NICOLAE, STR. LINIȘTEI
NR. 17, AP. 7, TIMIȘOARA, TM, RO**

(74) Mandatar:
**CABINET DE PROPRIETATE INDUSTRIALĂ
TUDOR ICLĂNZAN,
PIAȚA VICTORIEI NR.5, SC.D, AP.2,
TIMIȘOARA**

(54) **PROCEDEU DE SINTEZĂ A NANOFIRELOR DE ARGINT
ACOPERITE CU NANOPARTICULE METALICE CU PUNCT
DE TOPIRE SCĂZUT**

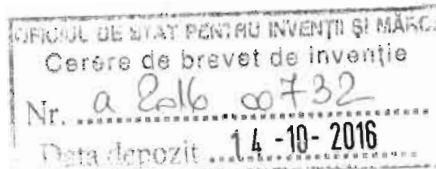
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut, utilizate pentru realizarea de trasee conductoare pe suporturi în construcția celulelor solare sau a dispozitivelor optoelectronice. Procedeu, conform invenției, constă în aceea că, într-o primă etapă, se obțin nanofirele de argint cu diametre de 100...500 nm și lungimi medii de peste 20 μm, prin tehnica solvothermală, după care, într-o a doua etapă,

pe nanofirele de argint sintetizate se depun direct nanoparticulele cvasisferice de indiu sau staniu cu dimensiuni de 2...50 nm la temperaturi de 25...90°C, rezultând nanofire de argint funcționalizate cu nanoparticule de indiu sau staniu care permit sinterizarea ulterioară la temperaturi joase.

Revendicări: 3
Figuri: 3





PROCEDEU DE SINTEZĂ A NANOFIRELOR DE ARGINT ACOPERITE CU NANOPARTICULE METALICE CU PUNCT DE TOPIRE SCĂZUT

Invenția se referă la un procedeu de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut, utilizate pentru realizarea de cerneluri conductoare și depunerea de straturi transparente și electroconductoare cu aplicații în construcția celulelor solare flexibile și a dispozitivelor optoelectronice, cum ar fi: LED-uri flexibile, tranzistori cu film subțire organic, hârtie electronică sau senzori de unică folosință.

Nanofirele de argint prezintă interes crescut în domeniul conversiei energiei solare în energie electrică, datorită posibilității de utilizare a acestora în construirea de celule solare flexibile. În prezent, pentru celulele solare organice și diodele emițătoare de lumină, se folosește oxidul de indiu și staniu (ITO) depus pe material plastic, dar filmul oxidic subțire prezintă fragilitate la îndoire repetată, ceea ce limitează utilizarea acestuia în dispozitive flexibile. Nanofirele de argint sunt un candidat promițător pentru a înlocui ITO, datorită conductivității electrice crescute și rezistenței la coroziune. Cu toate acestea, una din probleme este rezistența electrică ridicată în punctele de contact ale nanofirelor. Pentru rezolvarea acestei probleme cercetările efectuate au urmărit depunerea nanofirelor de argint pe substrat urmată de diferite tratamente chimice [1-3], termice [4] și / sau mecanice [5,6] aplicate pentru îmbunătățirea rezistenței electrice. Metodele chimice presupun tratarea nanofirelor cu diverși compuși cum ar fi acizi halogenați sau halogenuri, ducând la formarea unor structuri de tip miez-coajă [1], în care nanofirele de argint sunt învelite într-un strat de halogenură de argint ce facilitează migrarea ionilor metalici în zonele de contact. Astfel, capetele nanofirelor de argint se contopesc, rezultând o rețea de nanofire, ceea ce duce la o creștere apreciabilă a conductivității [3]. Un alt studiu raportează reducerea rezistenței electrice la joncțiunea nanofirelor de argint prin acoperirea galvanică cu aur [5] dar depunerea aurului are loc pe toată lungimea nanofirelor și nu doar în zonele de contact. O altă metodă de sudare a nanofirelor de argint presupune un procedeu de sinterizare cu lumină [7,8] utilizând o rășină polimerică cu rol de liant. Tratamentele termice, în special la temperaturi mai mari decât 140°C prezintă dezavantajul că nu pot fi aplicate în cazul substraturilor polimerice deoarece duc la degradarea acestora. Tratamentele mecanice, cum ar fi presarea, pot afecta structura nanofirelor nu numai în punctele de contact ci și pe lungimea acestora ducând la aplatizarea lor. Cea de-a doua problemă se referă la obținerea unor nanofire funcționalizate, care aplicate pe substrat și sinterizate la temperaturi joase permit obținerea unor filme cu conductivitate crescută. Studii recente [9] au arătat posibilitatea realizării de nanofire de argint



decorate cu nanoparticule de argint, ce pot fi sinterizate la 85°C și permit reducerea cu 29,5% a rezistenței straturilor transparente conductoare obținute cu ajutorul acestor nanofire funcționalizate. Pentru ancorarea nanoparticulelor de nanofire este necesară o moleculă organică intermediară cu două grupări funcționale, ca 2-aminoetantiolul care, prin intermediul grupării funcționale -SH se leagă de nanoparticulele de argint, iar prin gruparea funcțională -NH₂ se atașează de nanofirele de argint.

Se cunoaște invenția US2016268013 cu titlul „Conductive nanowire films” [10] care prezintă o structură conductoare multistratificată alcătuită dintr-o multitudine de nanofire dispuse în clustere, cu raport dimensional ridicat și eventual decorate cu nanoparticule metalice de aur sau argint, dar nanoparticulele sunt introduse în mediul de reacție ca atare cu rol de centri de nucleație pentru creșterea nanofirelor.

Se mai cunoaște invenția US2015235728 (A1) cu titlul „Transparent conductive electrodes comprising surface functionalized metal nanowires, their structure design and method of making such structures” [11] care prezintă o metodă de obținere a nanofirelor de argint funcționalizate prin acoperirea suprafeței acestora cu halogenuri sau oxizi metalici rezultați prin conversia nanofirelor în prezența unui acid sau a unui agent oxidant în structuri de tip miez-coajă în care miezul este nanofirul de argint, iar coaja este învelișul de halogenură sau oxid de argint. Rolul învelișului este unul de protecție și de îmbunătățire a aderenței între stratul conductor și substrat, fără a fi menționat dacă există un efect asupra rezistenței în punctele de contact.

Problema tehnică a invenției este aceea de a realiza un procedeu de funcționalizare a nanofirelor de argint cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut, pentru a permite sinterizarea lor la temperaturi joase pe suporturi flexibile sau rigide, cu obținerea unor trasee de înaltă conductivitate, necesare în construcția celulelor solare sau dispozitivelor optoelectronice.

Procedeu de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut, conform invenției, elimină dezavantajele de mai sus prin aceea că se face funcționalizarea nanofirelor de argint fie cu nanoparticule de indiu fie cu nanoparticule de staniu, ambele fiind nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut. Funcționalizarea nanofirelor are loc într-o singură etapă, depunerea nanoparticulelor având loc în situ, direct pe suprafața nanofirelor. Nanoparticulele de indiu și staniu au puncte de topire mai scăzute decât nanofirele de argint, astfel încât sinterizarea ulterioară se poate realiza la o temperatură mai scăzută.

Pentru sinteza nanofirelor de argint decorate cu nanoparticule de indiu sau staniu se obțin în prima etapă nanofirele de argint cu diametre cuprinse între 100...500 nm și lungimi medii de peste 20 micrometri, având un coeficient de formă de peste 100. În acest scop se utilizează tehnica solvothermală în mediu închis de creștere a nanofirelor de argint în prezența etilenglicolului, a unui surfactant cu grad de polimerizare ridicat și a unei halogenuri metalice, printr-o metodă polioli modificată. Reducerea ionilor de argint din soluție, proveniți din dizolvarea unei sări de argint, cum ar fi azotatul de argint, are loc în prezența etilenglicolului care acționează atât ca reducător cât și solvent. Creșterea nanofirelor de argint are loc în două etape, mai întâi formarea centrilor de nucleație, iar apoi etapa de creștere propriu zisă. Pentru formarea centrilor de nucleație se folosește o halogenură metalică, cum ar fi clorura de sodiu sau potasiu, care prin reacția cu azotatul de argint formează clorura de argint. În continuare amestecul de reacție este introdus într-o autoclavă apoi plasat într-o etuvă preîncălzită. Are loc creșterea nanofirelor în prezența surfactantului polivinilpirolidonă, care previne contactul direct între nanostructurile individuale și permite creșterea nanofirelor. Separarea și purificarea nanofirelor de argint obținute se face prin centrifugare și spălare repetată cu un solvent cum ar fi etanolul. A doua etapă presupune depunerea de nanoparticule cvasisferice de indiu sau staniu cu dimensiuni cuprinse între 5...50 nm prin reducere in situ în prezența nanofirelor sintetizate anterior la temperaturi cuprinse între 25...90°C. Ionii metalici corespunzători sunt dizolvați într-un solvent aprotic în care se adaugă un surfactant cum ar fi citratul de sodiu, pentru a preveni aglomerarea particulelor. Se injectează apoi suspensia de nanofire de argint redispersată în solventul aprotic, apoi reducătorul dizolvat într-un amestec de apă / solvent aprotic. Nanofirele de argint decorate cu nanoparticule de indiu sau staniu de separă de mediul de dispersie prin centrifugare și se purifică prin centrifugare și spălare repetată cu un solvent cum ar fi etanolul.

Procedeele de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- funcționalizarea nanofirelor de argint are loc printr-un procedeu simplu;
- permite depunerea de nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut direct pe suprafața nanofirelor de argint;
- depunerea nanoparticulelor are loc direct, prin reducerea ionilor metalici corespunzători, fără a mai fi necesară utilizarea unei molecule intermediare care să permită ancorarea lor de nanofire;

- nanoparticulele de indiu și staniu folosite în procedeul invenției au puncte de topire mai scăzute decât nanofirele de argint, astfel încât sinterizarea ulterioară se poate realiza la o temperatură mai scăzută.

Procedeul de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut, conform invenției, se poate face prin funcționalizarea nanofirelor de argint fie cu nanoparticule de indiu fie cu nanoparticule de staniu, ambele fiind nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut. În procedeul conform invenției funcționalizarea nanofirelor presupune două etape:

- în prima etapă se obțin nanofirele de argint,
- în a doua etapă nanofirele se funcționalizează prin depunerea de nanoparticule de indiu sau staniu.

Procedeul se realizează în următoarele faze:

Sinteza nanofirelor de argint

- Se prepară o soluție 1 prin dizolvarea a 170 mg AgNO_3 în etilenglicol (EG) 99 % și aducerea la balon cotat de 20 mL cu formarea unei soluții având concentrația de 0,05 M Ag^+ .
- Se prepară o soluție 2 prin dizolvarea a 0,167 mg polivinilpirolidonă (PVP) cu masa moleculară între 360.000 și 1.300.000 în EG și aducerea la balon cotat de 20 mL cu obținerea unei soluții având concentrația de 0,075 M vinilpirolidonă (monomer).
- Se prepară o soluție 3 prin dizolvarea a 15 mg KCl în EG și aducerea la balon cotat de 20 mL cu obținerea unei soluții având concentrația de 0,01 M Cl^- .
- Se amestecă câte 20 mL din soluția 2 cu 2 mL din soluția 3. După omogenizare se adaugă câte 20 mL din soluția 1. În câteva secunde are loc formarea unei suspensii lăptoase de AgCl care reprezintă centri de nucleație pentru nanofirele de argint.
- Se omogenizează timp de 3...5 minute amestecul apoi se transvazează în autoclave de oțel căptușite cu manta de PTFE și garnitură de etanșare din VITON. Autoclavele se închid și se plasează într-o etuvă preîncălzită la temperatura de 140°C pentru un timp de 20 h.
- După tratamentul solvotermal nanofirele de argint se separă prin centrifugare la viteza de 1300 rpm (144 G) timp de 10 minute.
- Se îndepărtează supernatantul, apoi se spală în 5 rânduri cu etanol.
- După spălare nanofirele de argint se redispersează în 5 mL etanol iar suspensia se păstrează în recipiente de sticlă închise etanș, la întuneric.

În continuare procedeul se dezvoltă diferit pentru:

- sinteza nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule de indiu,
- sinteza nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule de staniu.

Sinteza nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule de indiu

Întrucât reducerea indiului în prezența nanofirelor de argint are loc într-un solvent aprotic, este necesară modificarea mediului de dispersie a nanofirelor de argint.

- Nanofirele din 1 mL suspensie în etanol de nanofire de argint conținând 2,7 mg Ag se separă de mediul de dispersie prin centrifugare apoi nanofirele se redispersează în 10 mL trietilenglicol (TEG) prin ultrasonare.
- Se prepară o soluție 4 prin dizolvarea a 0,5 mmoli InCl_3 în 20 mL TEG sub pernă de gaz inert în care se adaugă 0,38 mmoli citrat trisodic pentru prevenirea aglomerării nanoparticulelor.
- Soluția rezultată 4 se încălzește la temperatura de 50°C sub barbotare de gaz inert, când are loc dizolvarea sării de sodiu cu complexarea ionului trivalent și obținerea unei soluții clare.
- În această soluție 4 se injectează suspensia de nanofire iar temperatura se crește la valori între 60 și 90°C.
- Se prepară o soluție 5 prin dizolvarea a 3 mmoli NaBH_4 în 0,5 mL H_2O . După dizolvarea completă se adaugă 4 mL TEG.
- Soluția 5 obținută se injectează rapid în soluția 4 care conține suspensia de nanofire. Imediat are loc formarea unei suspensii stabile de culoare brun închis, de nanofire de argint acoperite cu nanoparticule de indiu.
- Balonul se răcește repede după 5 minute de reacție prin imersarea în baie de apă la temperatura de 15°C.
- Nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de indiu se separă de mediul de dispersie prin centrifugare.
- Se îndepărtează supernatantul, apoi se spală în 5-6 rânduri cu etanol.
- După spălare nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de indiu se redispersează în 4 mL etanol, iar suspensia se păstrează în recipiente de sticlă închise etanș la întuneric.

Imagini TEM ale nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule de indiu obținute la temperaturi de 90 și respectiv 60°C sunt prezentate în figurile 1A și 1B, respectiv 2A și 2B. Se observă formarea nanoparticulelor cvasisferice de indiu cu diametre medii între 30 și 40

nm la temperatură ridicată, respectiv între 5 și 15 nm la temperatura de 60°, direct pe suprafața nanofirelor de argint. Hărțile compoziționale EDX din figurile 1C și 2C confirmă faptul că nanoparticulele de indiu sunt depuse pe suprafața nanofirelor de argint, și că în timpul reducerii ionilor de In^{3+} nu a avut loc niciun proces de aliere cu difuzia atomilor de In în nanofire.

Sinteza nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule de staniu

Întrucât reducerea staniului în prezența nanofirelor de argint are loc într-un solvent aprotic, este necesară modificarea mediului de dispersie a nanofirelor de argint.

- Nanofirele din 1 mL suspensie în etanol de nanofire de argint conținând 2,7 mg Ag se separă de mediul de dispersie prin centrifugare apoi nanofirele se redispersează în 10 mL dietilenglicol (DEG) prin ultrasonare.
- Se prepară o soluție 6 prin dizolvarea a 0,5 mmoli SnCl_4 în 20 mL DEG la temperatura camerei sub atmosferă de gaz inert.
- În soluția 6 se adaugă 0,38 mmoli citrat trisodic cu rol de surfactant. Are loc dizolvarea sării de sodiu cu complexarea ionului tetravalent și obținerea unei soluții clare.
- În această soluție se injectează suspensia de nanofire în DEG.
- Se injectează apoi soluția 5 la temperatura camerei, când are loc formarea unei suspensii stabile de nanofire de argint acoperite cu nanoparticule de staniu.
- Nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de staniu se separă de mediul de dispersie prin centrifugare.
- Se îndepărtează supernatantul, apoi se spală în 5-6 rânduri cu etanol.
- După spălare nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de staniu se redispersează în 4 mL etanol, iar suspensia se păstrează în recipiente de sticlă închise etanș la întuneric.

Imagini TEM ale nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule de staniu obținute la temperatura de 25°C sunt prezentate în figurile 3A și 3B. Se observă formarea nanoparticulelor de staniu cu diametre între 5 și 15 nm, direct pe suprafața nanofirelor de argint. Harta compozițională EDX din figura 3C confirmă existența Sn metalic pe suprafața nanofirelor de argint.

REVENDICĂRI

1. Procedeu de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut **caracterizată prin aceea că** acoperirea nanofirelor de argint presupune două etape:
 - a. în prima etapă se obțin nanofirele de argint,
 - b. în a doua etapă nanofirele de argint se funcționează prin acoperire cu nanoparticule de indiu sau staniu, ce au dimensiuni între 30 și 40 nm, respectiv între 5 și 15 nm în funcție de temperatura de sinteză.
2. Procedeu de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut conform revendicării 1 **caracterizată prin aceea că** în cazul acoperirii cu nanoparticule de indiu se realizează în următoarele faze:
 - Se prepară o soluție 1 prin dizolvarea a 170 mg AgNO_3 în etilenglicol (EG) 99 % și aducerea la balon cotat de 20 mL cu formarea unei soluții având concentrația de 0,05 M Ag^+ .
 - Se prepară o soluție 2 prin dizolvarea a 0,167 mg polivinilpirolidonă (PVP) cu masa moleculară între 360.000 și 1.300.000 în EG și aducerea la balon cotat de 20 mL cu obținerea unei soluții având concentrația de 0,075 M vinilpirolidonă (monomer).
 - Se prepară o soluție 3 prin dizolvarea a 15 mg KCl în EG și aducerea la balon cotat de 20 mL cu obținerea unei soluții având concentrația de 0,01 M Cl⁻.
 - Se amestecă câte 20 mL din soluția 2 cu 2 mL din soluția 3. După omogenizare se adăugă câte 20 mL din soluția 1. În câteva secunde are loc formarea unei suspensii lăptoase de AgCl care reprezintă centri de nucleație pentru nanofirele de argint.
 - Se omogenizează timp de 3...5 minute amestecul apoi se transvazează în autoclave de oțel căptușite cu manta de PTFE și garnitură de etanșare din VITON. Autoclavele se închid și se plasează într-o etuvă preîncălzită la temperatura de 140°C pentru un timp de 20 h.
 - După tratamentul solvotermal nanofirele de argint se separă prin centrifugare la viteza de 1300 rpm (144 G) timp de 10 minute.
 - Se îndepărtează supernatantul, apoi se spală în 5 rânduri cu etanol.
 - După spălare nanofirele de argint se redispersează în 5 mL etanol iar suspensia se păstrează în recipiente de sticlă închise etanș, la întuneric.

- Nanofirele din 1 mL suspensie în etanol de nanofire de argint conținând 2,7 mg Ag se separă de mediul de dispersie prin centrifugare apoi nanofirele se redispersează în 10 mL trietilenglicol (TEG) prin ultrasonare.
 - Se prepară o soluție 4 prin dizolvarea a 0,5 mmoli InCl_3 în 20 mL TEG sub pernă de gaz inert în care se adaugă 0,38 mmoli citrat trisodic pentru prevenirea aglomerării nanoparticulelor.
 - Soluția rezultată 4 se încălzește la temperatura de 50°C sub barbotare de gaz inert, când are loc dizolvarea sării de sodiu cu complexarea ionului trivalent și obținerea unei soluții clare.
 - În această soluție 4 se injectează suspensia de nanofire iar temperatura se crește la valori între 60 și 90°C .
 - Se prepară o soluție 5 prin dizolvarea a 3 mmoli NaBH_4 în 0,5 mL H_2O . După dizolvarea completă se adaugă 4 mL TEG.
 - Soluția 5 obținută se injectează rapid în soluția 4 care conține suspensia de nanofire. Imediat are loc formarea unei suspensii stabile de culoare brun închis, de nanofire de argint acoperite cu nanoparticule de indiu.
 - Balonul se răcește repede după 5 minute de reacție prin imersarea în baie de apă la temperatura de 15°C .
 - Nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de indiu se separă de mediul de dispersie prin centrifugare.
 - Se îndepărtează supernatantul, apoi se spală în 5-6 rânduri cu etanol.
 - După spălare nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de indiu se redispersează în 4 mL etanol, iar suspensia se păstrează în recipiente de sticlă închise etanș la întuneric.
3. Procedeu de sinteză a nanofirelor de argint acoperite cu nanoparticule metalice cu punct de topire scăzut conform revendicării 1 **caracterizată prin aceea că** în cazul acoperirii cu nanoparticule de staniu se realizează în următoarele faze:
- Se prepară o soluție 1 prin dizolvarea a 170 mg AgNO_3 în etilenglicol (EG) 99 % și aducerea la balon cotat de 20 mL cu formarea unei soluții având concentrația de 0,05 M Ag^+ .
 - Se prepară o soluție 2 prin dizolvarea a 0,167 mg polivinilpirolidonă (PVP) cu masa moleculară între 360.000 și 1.300.000 în EG și aducerea la balon cotat de 20 mL cu obținerea unei soluții având concentrația de 0,075 M vinilpirolidonă (monomer).

- Se prepară o soluție 3 prin dizolvarea a 15 mg KCl în EG și aducerea la balon cotat de 20 mL cu obținerea unei soluții având concentrația de 0,01 M Cl⁻.
- Se amestecă câte 20 mL din soluția 2 cu 2 mL din soluția 3. După omogenizare se adaugă câte 20 mL din soluția 1. În câteva secunde are loc formarea unei suspensii lăptoase de AgCl care reprezintă centri de nucleație pentru nanofirele de argint.
- Se omogenizează timp de 3...5 minute amestecul apoi se transvazează în autoclave de oțel căptușite cu manta de PTFE și garnitură de etanșare din VITON. Autoclavele se închid și se plasează într-o etuvă preîncălzită la temperatura de 140°C pentru un timp de 20 h.
- După tratamentul solvotermal nanofirele de argint se separă prin centrifugare la viteza de 1300 rpm (144 G) timp de 10 minute.
- Se îndepărtează supernatantul, apoi se spală în 5 rânduri cu etanol.
- După spălare nanofirele de argint se redispersează în 5 mL etanol iar suspensia se păstrează în recipiente de sticlă închise etanș, la întuneric.
- Nanofirele din 1 mL suspensie în etanol de nanofire de argint conținând 2,7 mg Ag se separă de mediul de dispersie prin centrifugare apoi nanofirele se redispersează în 10 mL dietilenglicol (DEG) prin ultrasonare.
- Se prepară o soluție 6 prin dizolvarea a 0,5 mmoli SnCl₄ în 20 mL DEG la temperatura camerei sub atmosferă de gaz inert.
- În soluția 6 se adaugă 0,38 mmoli citrat trisodic cu rol de surfactant. Are loc dizolvarea sării de sodiu cu complexarea ionului tetravalent și obținerea unei soluții clare.
- În această soluție se injectează suspensia de nanofire în DEG.
- Se injectează apoi soluția 5 la temperatura camerei, când are loc formarea unei suspensii stabile de nanofire de argint acoperite cu nanoparticule de staniu.
- Nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de staniu se separă de mediul de dispersie prin centrifugare.
- Se îndepărtează supernatantul, apoi se spală în 5-6 rânduri cu etanol.
- După spălare nanofirele de argint acoperite cu nanoparticule de staniu se redispersează în 4 mL etanol, iar suspensia se păstrează în recipiente de sticlă închise etanș la întuneric.

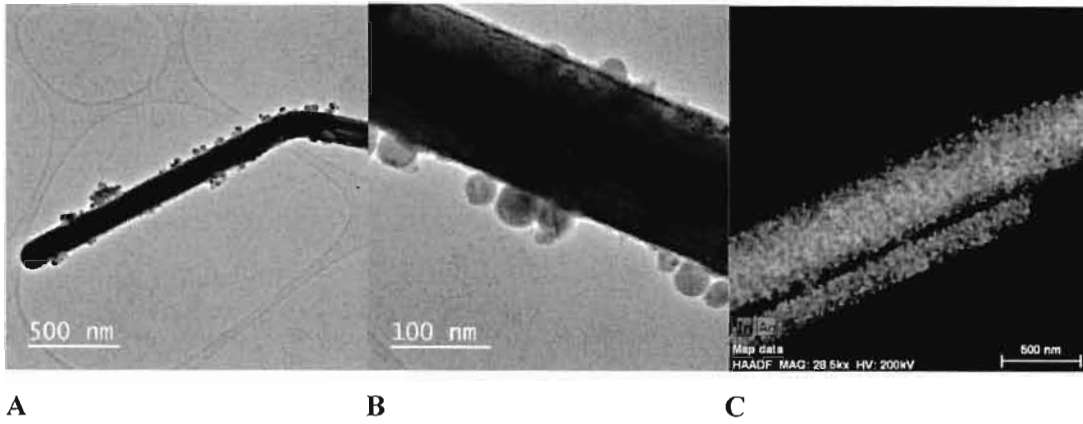


Figura 1. Imagini TEM și hartă compozițională EDX pentru nanofire de argint decorate cu nanoparticule de indiu obținute la temperatura de 90°C.

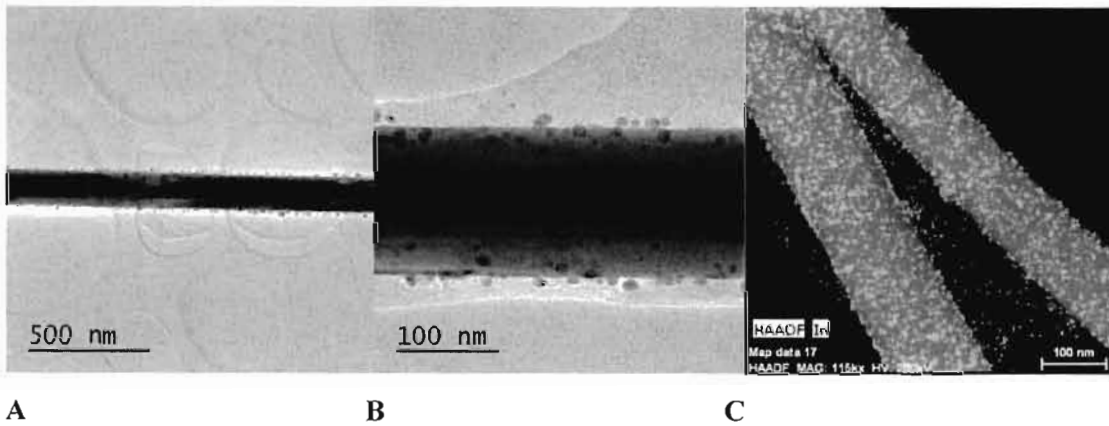


Figura 2. Imagini TEM și hartă compozițională EDX pentru nanofire de argint decorate cu nanoparticule de indiu obținute la temperatura de 60°C.

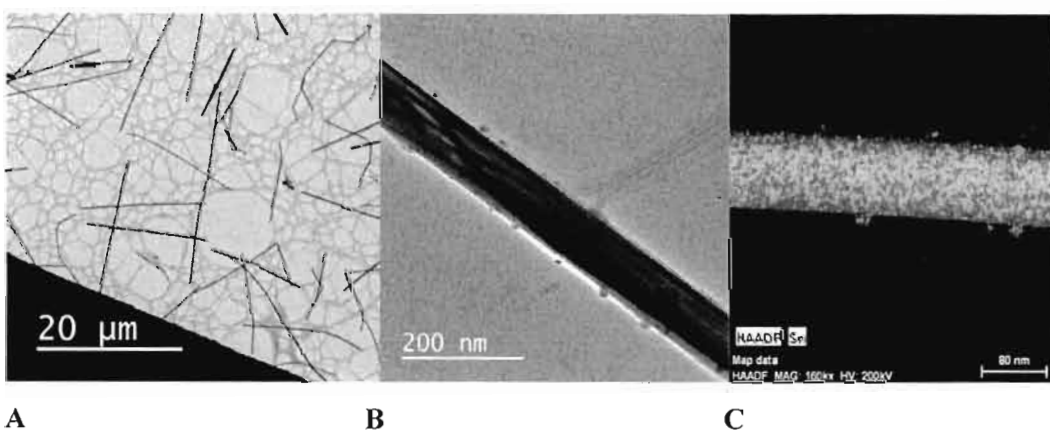


Figura 3. Imagini TEM și hartă compozițională EDX pentru nanofire de argint decorate cu nanoparticule de staniu obținute la temperatura de 25 °C.