



(11) **RO 134945 B1**

(51) **Int.Cl.**  
**B01J 2/06** (2006.01),  
**B01J 13/02** (2006.01),  
**B01J 23/72** (2006.01)

(12)

## BREVET DE INVENȚIE

- (21) Nr. cerere: **a 2019 00801**
- (22) Data de depozit: **27/11/2019**
- (45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/01/2024** BOPI nr. **1/2024**

(41) Data publicării cererii:  
**28/05/2021** BOPI nr. **5/2021**

(73) Titular:  
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA,  
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:  
• **LUNGULESCU EDUARD MARIUS,  
STR.PRELUNGIREA GHENȚEA, NR.285A,  
AP.3, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**

• **SETNESCU RADU, STR.GÂRLENI NR.1,  
BL.C 78, SC.1, AP.9, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **NICULA NICOLEȚA OANA,  
STR.NICOLAE BĂLCESCU, NR.26, BL.50,  
SC.A, AP.2, MIZIL, PH, RO;**  
• **PĂTROI DELIA, STR.VATRA DORNEI  
NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1, AP.49,  
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **ION IOANA, STR.LILIAȚULUI NR.7B,  
MĂGURELE, IF, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**US 9205410; CN 1686649 (A);  
US 9205410 (B2)**

(54) **NANOPARTICULE DE ALIAJ BIMETALIC Cu-Au  
ȘI PROCEDEU DE OBTINERE**

Examinator: inginer chimist **PIȚU MARCELA**



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

**RO 134945 B1**

# RO 134945 B1

1           Invenția se referă la nanoparticule de aliaj bimetalic Cu-Au cu proprietăți controlabile  
(dimensiune, dispersie dimensională îngustă și stabilitate ridicată) cu activitate antimicro-  
3           biană, precum și la procedeul de obținere a acestora.

5           Astfel de materiale sunt utilizate în diferite aplicații, cum ar fi optoelectronică, senzori,  
tehnologii de energii regenerabile și catalizatori, imagistică medicală, agenți biocizi sau  
antimicrobieni etc.

7           Se cunoaște că un aspect important în stabilirea proprietăților acestor nanomateriale  
îl reprezintă controlul dimensiunii particulelor, distribuția particulelor și forma acestora. În  
9           consecință, există un interes crescut în dezvoltarea de metode care să permită o sinteză  
controlată a nanoparticulelor.

11          Sunt cunoscute din brevetul **US 9205410 (B2)** metode de formare a nanoparticulelor  
monodispersate miez-înveliș cu o componentă cobalt(II)-ligand, o componentă  
13          metal(II)-ligand, un agent organic reductor și un agent de acoperire pot fi adăugate la un  
solvent organic pentru a forma un amestec de reacție care este apoi încălzit la o temperatură  
15          de dizolvare în timp ce este sub un gaz (de exemplu, metan), astfel încât amestecul de  
reacție devine o soluție de reacție care este apoi încălzită la o temperatura de reacție (  
17          aproximativ 200°C sau mai mult) în timp ce se află sub gaz pentru a forma nanoparticulele  
miez-înveliș, iar nanoparticulele miez-înveliș pot fi colectate din soluția de reacție.

19          De asemenea, este cunoscut din cererea de brevet **CN 1686649 (A)** un procedeu de  
preparare a nanoparticulelor de Au-Cu cu structură de coajă a miezului include prepararea  
21          soluției apoase de acid clorauric din apă distilată, adăugarea de polivinil pirolidonă și  
laurilsulfat de sodiu, adăugarea soluției apoase de hidrat de hidrazin până la pH = 6,5...7,5,  
23          apoi se prepară soluția apoasă de sare de cupru din apă distilată, se adaugă apa  
amoniacală până când soluția devine limpede, se adaugă polivinil pirolidonă și laurilsulfat de  
25          sodiu, se încălzesc cele două soluții, reglând pH = 8,5-9,5, separare centrifugă în atmosfera  
de azot sau argon, spalare și uscare în vid.

27          Este cunoscută din brevetul **US 9205410 (B2)** o metodă de producere a nanoparti-  
culelor de argint, cu prepararea unei soluții lichide care conține acid fenazin-1-carboxilic, iar  
29          o sare metalică de argint este adăugată la soluție pentru a produce mai multe nanoparticule  
de argint.

31          Nanoparticulele metalice (Np) sunt caracterizate prin compoziție chimică, formă,  
dimensiune și monodispersie diferite. Pentru a modifica aceste caracteristici, sunt cunoscute  
33          trei tipuri de metode de sinteză: chimice, fizice și biologice [Yashiro K., *Microbial Synthesis  
of Noble Metal Nanoparticles Using Metal Reducing Bacteria*, *Journal of the Society  
of Powder Technology*. 43 (7), 515-521, (2006)]

35          Nanoparticulele metalice pot fi obținute în fază gazoasă, solidă și lichidă [Madou M.  
37          X., *Fundamentals of Microfabrication and Nanotechnology: From MEMS to Bio-MEMS  
and Bio-Nems: manufacturing techniques and applications*. Boca Raton, FL: CRC  
39          PressInc (2011)]. În fază lichidă, nanoparticulele sunt sintetizate chimic în soluții coloidale  
ce conțin precursori, agent de reducere, agent de acoperire și solvent [Abedini A., Daud A.  
41          R., Hamid M. A. A., Othman N. K., Saion E., *A review on radiation-induced nucleation  
and growth of colloidal metallic nanoparticles*. *Nanoscale Research Letters*, 8, 474-  
43          484, (2013)].

45          Coloizii sunt suspensii ale unei faze, solidă sau lichidă, într-o a doua fază lichidă.  
Majoritatea metodelor de obținere a coloizilor metalici sunt bazate pe reducerea unui  
47          precursor - ion metalic, în soluție în prezența unui agent de stabilizare. Toate aceste metode  
de sinteză prezintă dezavantajul că implică utilizarea de agenți de reducere toxici și/sau cu

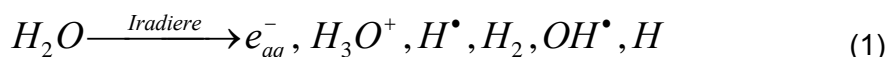
risc biologic ridicat pentru mediul înconjurător, timp îndelungat de sinteză, proces de obținere etapizat, temperaturi ridicate . Alt dezavantaj al sintezelor clasice este dat de dificultatea de a obține nanoparticule metalice cu proprietăți controlabile, reproductibile (dimensiune, dispersie îngustă și stabilitate ridicată), precum și obținerea unor cantități mici de nanoparticule, ceea ce conduce la costuri ridicate ale procesului de sinteză.

Literatura de specialitate citează numeroase exemple de realizare a structurilor nanometrice pe bază de Cu cu alte metale, în special structuri de tip core-shell , obținute prin sinteză chimică. Dezavantajul principal al acestor metode de sinteză este utilizarea de agenți chimici de reducere (hidrazină, borohidru de sodiu) cunoscute ca fiind toxice sau utilizarea unor temperaturi ridicate .

Dezavantaje similare prezintă și procedeul propus în lucrarea [6], în care au fost obținute nanosfere de aliaj bimetalic Au-Cu, prin sinteză chimică și utilizarea borohidru de sodiu ca agent de reducere și a PVP ca agent de stabilizare a nanoparticulelor, sinteza realizându-se la temperaturi ridicate.

Principiul metodei de sinteză propus se bazează pe radioliza soluțiilor apoase, radiațiile ionizante transferând către materialul iradiat o cantitate foarte mare de energie, cu câteva ordine de mărime mai mare decât energia medie necesară ruperii oricărei legături chimice, transferul fiind astfel neselectiv [Fiti M.B., *Dozimetria chimică a radiațiilor ionizante*, Ed. Academiei, București (1973)].

Interacția energiei radiației ionizante cu soluția apoasă a ionilor de Cu și Au induce ionizarea și excitarea solventului și conduce la formarea de specii radiolitice, în special electronul hidratat și atomi de H<sup>•</sup>.



Aceste specii sunt agenți de reducere puternici cu potențialele redox  $E_0(H_2O/e_{aq}^-) = -2,87 V_{NHE}$  și  $E_0(H^+/H^{\bullet}) = -2,3 V_{NHE}$  [Rojas J., Castano C., *Product ion of palladium nanoparticles supported on mulliwalled carbon nanotubes by gamma irradiation. Radiat. Phys. Chem. 81, 16-21, (2012)*] și pot reduce ionii de Cu și Au din soluție la particule de Cu și Au zero-valente.

Radicalii hidroxil (OH<sup>•</sup>), induși la radioliza apei, cu un potențial redox  $E_0(OH^{\bullet}/H_2O) = +2,8 V_{NHE}$  pot oxida ionii sau atomii la stări de oxidare ridicate. Pentru a evita acest lucru este necesară introducerea în soluțiile de precursori a unor captori de radicali OH<sup>•</sup>, precum alcoolii primari sau secundari.

Scopul invenției este de a înlătura dezavantajele mai sus menționate, anume de a se obține nanoparticule de aliaj bimetalic Cu-Au, într-o singură etapă, în soluții apoase, la temperatură și presiune ambientale, dimensiuni mici, distribuție dimensională îngustă și stabilitate ridicată în timp. Un alt obiectiv al prezentei invenții este de a înlătura dezavantajele mai sus menționate ale metodelor fizice și chimice, printr-un procedeu care să asigure un consum rezonabil de materii prime, pierderi scăzute, randament și selectivitate înaltă (nivel redus al deșeurilor și materiilor prime netransformate), în condițiile utilizării unor reactivi netoxici sau dăunători pentru mediu.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este de a obține nanoparticule de aliaj bimetalic de Cu-Au cu dimensiuni mici, cu distribuție dimensională îngustă, stabilitate ridicată în soluție și activitate biocidă înaltă, în condițiile unui consum eficient al materiilor prime, și a randamentului și selectivității înalte în transformarea precursorului ionic, folosind energia radiațiilor ionizante ( $\gamma$ ) pentru transformarea precursorilor ionici aflați în soluție apoasă.

# RO 134945 B1

1 Nanoparticulele de aliaj bimetalic Cu-Au sunt obținute conform invenției prin iradierea  
cu radiații  $\gamma$  a unei soluții apoase de precursori metalici (sare solubilă de Cupru, respectiv  
3 Au), care conține un cuplu de agenți de acoperire și stabilizare a nanoparticulelor constituit  
dintr-un polimer solubil (cum ar fi PVA, PVP, SDS) și un compus de forma  $R-OH_x$  (unde R  
5 = alchil sau iso-alchil, fenil substituit, iar  $x = 1, 2$ ) solubil sau parțial solubil în apă, cel din  
urmă jucând rolul de captor de radicali liberi prevenind oxidarea nanoparticulelor formate.

7 Invenția prezintă următoarele avantaje:

9 - sinteza nanoparticulelor are loc în soluție apoasă, ceea ce permite controlul precis  
al parametrilor în orice punct al reactorului (concentrație, temperatură, doză), asigurând  
reproductibilitatea procesului;

11 - sinteza nu necesită utilizarea de agenți chimici de reducere toxici sau cu risc  
biologic ridicat, principalul agent reducător în absența oxigenului fiind electronul hidratat care  
13 prezintă un potențial de reducere foarte mare;

15 - Np de aliaj bimetalic Cu-Au și de Au obținute prezintă o dispersie uniformă și  
stabilitate în timp ridicată (de ordinul lunilor);

17 - procedeul de sinteză propus permite obținerea la un preț scăzut a unor cantități mari  
de Np de aliaj bimetalic Cu-Au sau de Au cu dimensiune și structură controlabilă, cu  
reproductibilitate ridicată, putând fi aplicat la scară industrială;

19 - procedeul de obținere a nanoparticulelor de aliaj bimetalic Cu-Au și Au este simplu  
și rapid și este realizat la presiune și temperatură ambiantă;

21 - dimensiunea medie a nanoparticulelor și distribuția dimensională depind în mod  
critic de un număr redus de parametri care pot fi controlați cu ușurință, anume doza de  
23 iradiere și concentrațiile agentului de stabilizare și a ionilor de Cu și Au și raportul acestor  
concentrații.

25 Se dau mai jos 4 exemple de realizare a invenției, în legătură și cu fig. 1...7, care  
reprezintă:

27 - fig. 1, schema tehnologică a procesului de obținere a nanoparticulelor de aliaj  
bimetalic Cu-Au și a nanoparticulelor de Au;

29 - fig. 2, spectrele UV-Vis al sistemului coloidal Cu/Au/SDS/EG (raport molar Cu/Au  
de 2/1);

31 - fig. 3, micrografii STEM realizate pe sistemului coloidal Cu/Au/SDS/EG;

33 - fig. 4, stabilitatea în timp a sistemului coloidal de aliaj bimetalic Cu-Au (raport molar  
Cu/Au de 2/1);

35 - fig. 5, spectrele UV-Vis ale sistemului coloidal Cu/Au/SDS/EG la diferite concentrații  
de  $Cu^{2+}$ ;

37 - fig. 6, stabilitatea în timp a sistemului coloidal de aliaj bimetalic Cu-Au (în funcție de  
concentrația de  $Cu^{2+}$  (1 - imediat după iradiere, 2-2 luni după iradiere);

39 - fig. 7, spectrele UV-Vis al sistemului coloidal Cu/Au/PVP/Aip (raport molar Cu/Au  
de 2/1).

## Exemplul 1

41 În scopul sintezei radiochimice conform invenției, se folosește următoarea succesiune  
de operații (fig. 1):

43 - prepararea soluțiilor de precursori (soluția A și soluția B) într-o soluție apoasă de  
agent de stabilizare de o anumită concentrație (SDS, PVP, PVA), care implică dozarea  
45 precursorilor; dizolvarea polimerului solubil se efectuează la  $80^\circ C$  cu agitator magnetic până  
soluția devine limpede; dizolvarea precursorilor se execută cu agitator magnetic la  
47 temperatura ambiantă;

# RO 134945 B1

- prepararea amestecului de reacție format din amestecarea soluțiilor A și B cu un compus  $R(OH)_x$ , care implică dozarea componentelor în corelație cu cantitatea de precursori; dizolvarea compusului  $R(OH)_x$  se face la temperatura ambiantă, după răcirea soluției de polimer, cu agitator magnetic; are loc controlul și corecția pH (8-9) și dezaerarea sistemului (eliminarea oxigenului prin barbotare de  $N_2$  sau Ar timp de 30 min); amestecarea se realizează la temperatura camerei cu agitator magnetic, timp de 1 h; 1
  - expunerea la iradiere (Doza debit: 0,7 kGy/h) a amestecului de reacție într-un recipient de sticlă închis ermetic, învelit în folie de aluminiu; implică stabilirea și controlul dozei de iradiere (calibrarea dozei de expunere se poate face periodic cu un dozimetru de tip Fricke, RTL, ECB, alanină ș.a.m.d); 3
  - caracterizarea dimensională și a activității biocide a produsului obținut. Se realizează prin măsurători specifice, cunoscute, cum sunt spectroscopie UV-vis, STEM, DLS, precum și prin teste de activitate antimicrobiană. 5
- Exemplul 2**
- Folosind procedura descrisă la exemplul 1, se prepară: 7
- 100 ml soluția (A) prin dizolvarea unei cantități de sare de cupru corespunzătoare unei concentrații de  $2 \cdot 10^3$  mol/l  $Cu^{2+}$  într-o soluție de 0,8% SDS în apă deionizată; 9
  - 100 ml soluția (B) prin dizolvarea unei cantități de sare de  $Au^{3+}$  (acid cloroauric -  $H(AuCl_4)$ ) corespunzătoare unei concentrații de  $1 \cdot 10^3$  mol/l  $Au^{3+}$  într-o soluție de 0,8% SDS în apă deionizată; 11
  - s-a obținut amestecul de reacție folosind 15 ml soluție A, 15 ml soluție B și 4 ml de etilen glicol (EG); pH-ul s-a reglat la 8,5 prin adăugare de soluție de NaOH (1%); dezaerarea s-a făcut cu Ar timp de 30 min la un debit de 50 ml/min; 13
  - expunerea la iradiere s-a făcut la o doză totală de 30 kGy. 15
- După iradiere s-au obținut sisteme coloidale de nanoparticule de aliaj bimetalic Cu-Au de culoare vișinie. Spectrele UV-Vis au prezentat maxim de absorbție SPR caracteristic la circa 530 nm (fig. 2). 17
- Analiza STEM a evidențiat formarea de nanoparticule sferice (fig. 3) de dimensiuni medii de sub 20 nm, iar distanțele interplanare determinate la 2,20 Å, corespund unor aliaje bimetalice de tip Cu<sub>2</sub>Au. 19
- Stabilitatea sistemului de nanoparticule de aliaj bimetalic a fost testată prin măsurarea absorbantei soluțiilor pe o perioadă de 4 luni (fig. 4), spectrele de UV-Vis rămânând practic nemodificate în această perioadă. 21
- Soluțiile obținute au prezentat activitate antimicrobiană la testarea împotriva *Pseudomonas aeruginosa* și *Staphylococcus Aureus*, cu zone de inhibiție cuprinse între 4 și 15 mm, în funcție de gradul de diluție al soluției inițiale de nanoparticule de aliaj Cu-Au (tabelul 1). 23

# RO 134945 B1

## Eficiența antimicrobiană a sistemului coloidal de nanoparticule de Cu-Au

Tabelul 1

Sistem	Concentrația de soluție (%)	Zone de inhibiție (mm)	
		<i>P. aeruginosa</i>	<i>S. aureus</i>
Cu/Au(2:1)/SDS/EG	100	14	15
	50	8	7
	25	4	4
	12,5	-	-

### Exemplul 3

Folosind procedura descrisă la exemplele 1 și 2, se prepară:

- 100 ml soluția (A) cu concentrația de  $2 \cdot 10^{-3}$  mol/l  $\text{Cu}^{2+}$  într-o soluție de 0,8% SDS în apă deionizată;

- 100 ml soluția (B) cu concentrația  $2 \cdot 10^{-3}$  mol/l  $\text{Au}^{3+}$  (acid cloroauric -  $\text{H}[\text{AuCl}_4]$ ) într-o soluție de 0,8% SDS în apă deionizată;

- s-a obținut amestecul de reacție, folosind diferite rapoarte de volum între soluția A și soluția B, pentru a obține diferite concentrații de ioni de Cu în soluție. Peste această soluție se adaugă 4 ml de etilen glicol (EG); pH-ul s-a reglat la 8,5 prin adăugare de soluție de NaOH (1%); dezaerarea s-a făcut cu Ar timp de 30 min la un debit de 50 ml/min;

- expunerea la iradiere s-a făcut la o doză totală de 50 kGy.

După iradiere, s-au obținut sisteme coloidale stabile de nanoparticule de aliaj bimetalic Cu-Au, de culoare vișinie până la roz deschis, în funcția de concentrația inițială de ioni de  $\text{Cu}^{2+}$  (soluția se deschide la culoare cu creșterea concentrației). Proprietățile optice la acestui material sunt ilustrate în fig. 5 cu ajutorul spectrelor UV-vis din care rezultă că maximul SPR (Surface Plasmon Resonance) este cuprins între 532 nm (0% Cu; se formează un sistem coloidal stabil de nanoparticule de Aur) și 550 nm (la 90 % Cu) (Tabelul 1). Măsurătorile DLS au arătat dimensiuni medii ale nanoparticulelor cuprinse între 1,1-3,5 nm (tabelul 2).

### Caracteristicile nanoparticulelor de aliaj bimetalic

Cu-Au obținute conform exemplelor 1 și 2

Tabelul 2

Concentrație $\text{Cu}^{2+}$ (%)	Maxim SPR (nm)	Diametru mediu din DLS (nm)
0	532	$3,5 \pm 0,001$
50	532	$2,9 \pm 0,017$
77	536	$2,1 \pm 0,015$
87	540	$2,3 \pm 0,947$
90	550	$1,1 \pm 0,032$

Stabilitatea sistemului de nanoparticule de aliaj bimetalic a fost testată prin măsurarea absorbantei soluțiilor pe o perioadă de circa 2 luni (fig. 6), spectrele de UV-Vis rămânând practic nemodificate în această perioadă.

## Exemplul 4

Folosind procedura descrisă la exemplu 1 și 2 se prepară:

- 100 ml soluția (A) prin dizolvarea unei cantități de sare de cupru corespunzătoare unei concentrații de  $2 \cdot 10^{-3}$  mol/l  $\text{Cu}^{2+}$  într-o soluție de 3,5% polivinilpirolidonă (PVP) în apă deionizată;

- 100 ml soluția (B) prin dizolvarea unei cantități de sare de  $\text{Au}^{3+}$  (acid cloroauric -  $\text{H}[\text{AuCl}_4]$ ) corespunzătoare unei concentrații de  $1 \cdot 10^{-3}$  mol/l  $\text{Au}^{3+}$  într-o soluție de 3,5% polivinilpirolidonă (PVP) în apă deionizată;

- s-a obținut amestecul de reacție folosind 15 ml soluție A, 15 ml soluție B și 4 ml de alcool izopropilic; pH-ul s-a reglat la 8,5 prin adăugare de soluție de NaOH (1%); dezaerarea s-a făcut cu Ar timp de 30 min la un debit de 50 ml/min;

- expunerea la iradiere s-a făcut la o doză totală de 30 kGy.

După iradiere s-au obținut sisteme coloidale de nanoparticule de aliaj bimetalic Cu-Au de culoare vișinie. Spectrele UV-Vis a prezentat un maxim de absorbție SPR caracteristic la circa 530 nm (fig. 7).

Stabilitatea sistemului de nanoparticule de aliaj bimetalic Cu-Au/PVP/Aip a fost testată prin măsurarea absorbantei soluțiilor pe o perioadă de 4 luni (fig. 4), spectrele de UV-Vis rămânând practic nemodificate în această perioadă.

Soluțiile obținute au prezentat activitate antimicrobiană la testarea împotriva *Pseudomonas aeruginosa* și *Staphylococcus Aureus*, cu zone de inhibiție cuprinse între 5 și 13 mm, în funcție de gradul de diluție al soluției inițiale de nanoparticule de aliaj Cu-Au (tabelul 3).

### *Eficiența antimicrobiană a sistemului coloidal de nanoparticule de Cu-Au*

Tabelul 3

Raport molar	Concentrația de soluție (%)	Zone de inhibiție (mm)	
		<i>P. aeruginosa</i>	<i>S. aureus</i>
Au/Cu (1:2)/PVP/Aip	100	12	13
	50	5	7
	25	-	-
	12,5	-	-

# RO 134945 B1

## Revendicări

1

3

1. Nanoparticule de aliaj bimetalic de Cu-Au cu dispersie dimensională îngustă, **caracterizate prin aceea că**, sunt obținute prin expunerea la iradiere a unor sisteme formate din sare-precursor de ioni de Cu și Au și un cuplu de agenți de acoperire și stabilizare pe bază de polimer solubil în apă (SDS, PVA, PVP) și un compus de forma  $R(OH)_x$  unde R = alchil sau iso-alchil, fenil substituit, iar  $x = 1, 2$ , solubil sau parțial solubil în apă, cel din urmă jucând rolul de captor de radicali liberi prevenind oxidarea nanoparticulelor formate, cu maxime de absorbție cuprinse între 528-550 nm, cu dimensiuni medii cuprinse între 1-30 nm, cu stabilitate ridicată în timp, cu dispersie îngustă și cu activitate antimicrobiană ridicată (*Staphylococcus Sp.*, *Pseudomonas sp.*).

11

13

2. Procedeeul de obținere prin sinteză radiochimică a nanoparticulelor de aliaj bimetalic de Cu-Au, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, se utilizează sisteme formate din sare-precursor de ioni de Cu și Au, un cuplu de agenți de acoperire și stabilizare pe bază de polimer solubil în apă (SDS, PVA, PVP) și un compus de forma  $R(OH)_x$  (unde R = alchil sau iso-alchil, fenil substituit, iar  $x = 1, 2$ ) solubil sau parțial solubil în apă, cel din urmă jucând rolul de captor de radicali liberi cu obținerea unor soluții apoase de ioni de Cu și Au având concentrații cuprinse între  $10^{-5}$  și  $10^{-3}$  mol/L, prin agitare la temperatura ambiantă, introducerea acestora într-o soluție apoasă la 80°C formată dintr-un polimer solubil în apă (SDS 0,8%, PVP 3,5%) și un compus de forma  $R(OH)_x$  unde R = alchil sau iso-alchil, fenil substituit, iar  $x = 1, 2$ , în diferite concentrații, omogenizarea soluției rezultate la temperatura camerei, timp de 1 h, reglarea pH la 8...9 prin adăugare de soluție de NaOH, dezaerarea soluției cu  $N_2$  sau Ar pentru eliminarea  $O_2$ , timp de 30 min, urmată de iradierea la o doză debit cuprinsă între 0,4...1,1 kGy/h, la doze integrale cuprinse între 0-60 kGy.

15

17

19

21

23

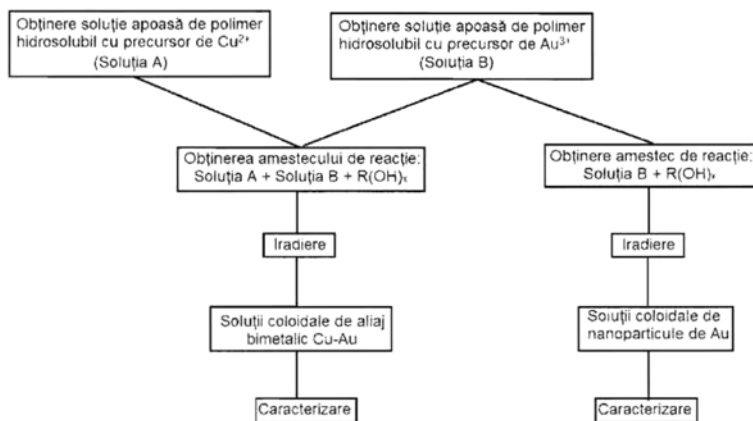


(51) Int.Cl.

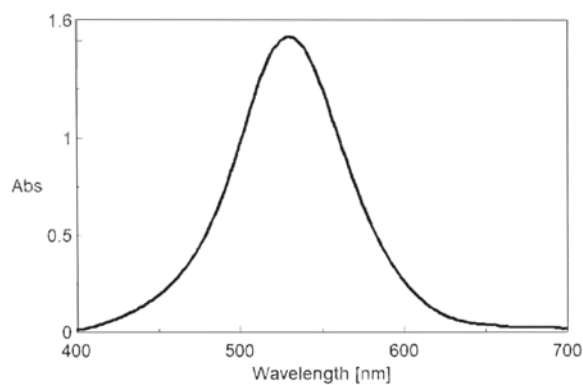
**B01J 2/06** (2006.01);

**B01J 13/02** (2006.01);

**B01J 23/72** (2006.01)



**Fig. 1**



**Fig. 2**



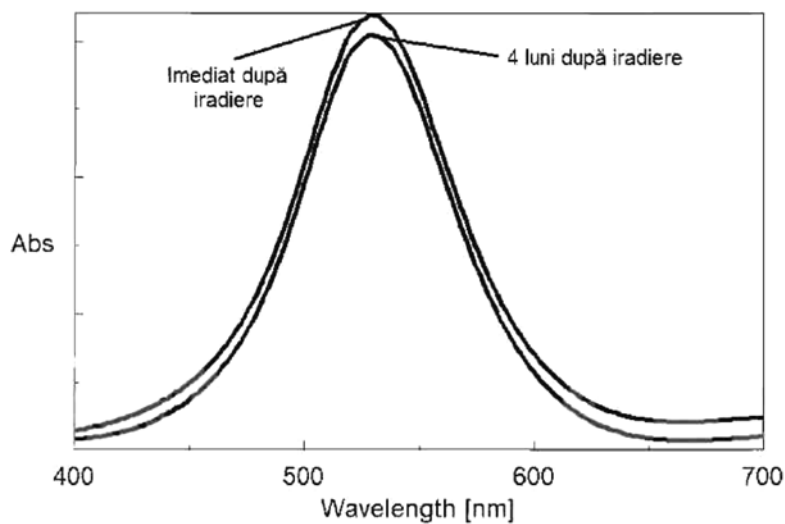
**Fig. 3**

(51) Int.Cl.

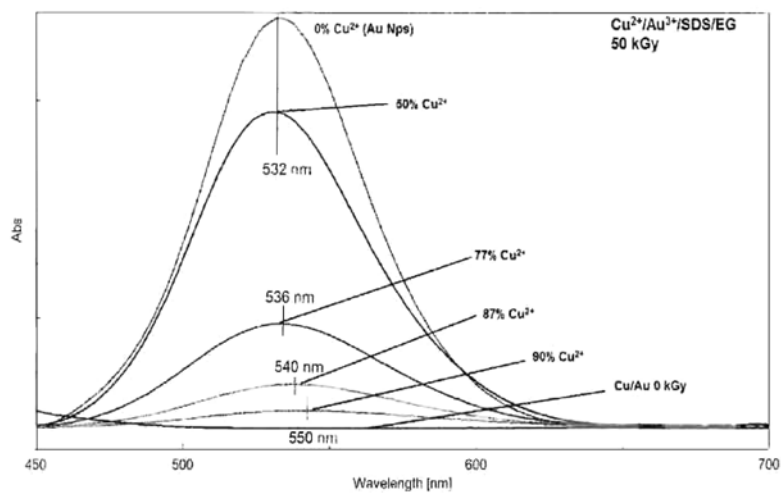
**B01J 2/06** (2006.01);

**B01J 13/02** (2006.01);

**B01J 23/72** (2006.01)



**Fig. 4**



**Fig. 5**

(51) Int.Cl.

**B01J 2/06** (2006.01);  
**B01J 13/02** (2006.01);  
**B01J 23/72** (2006.01)

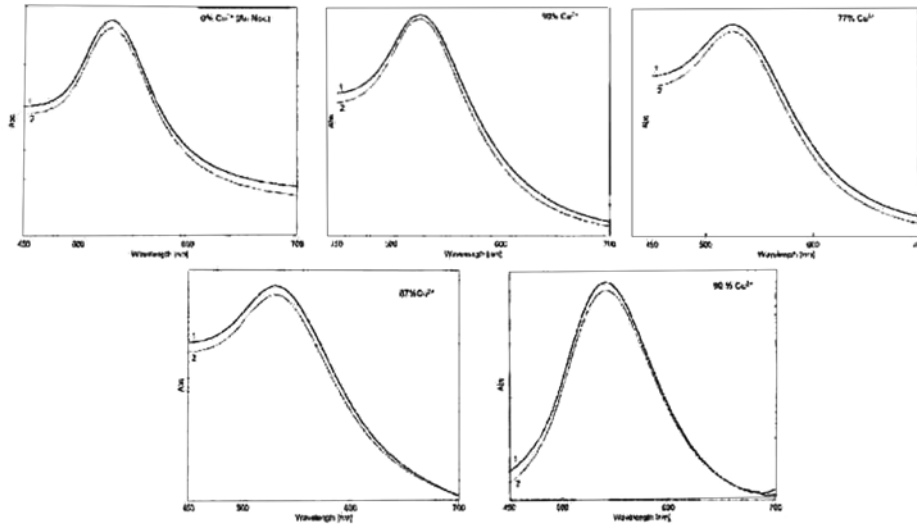


Fig. 6

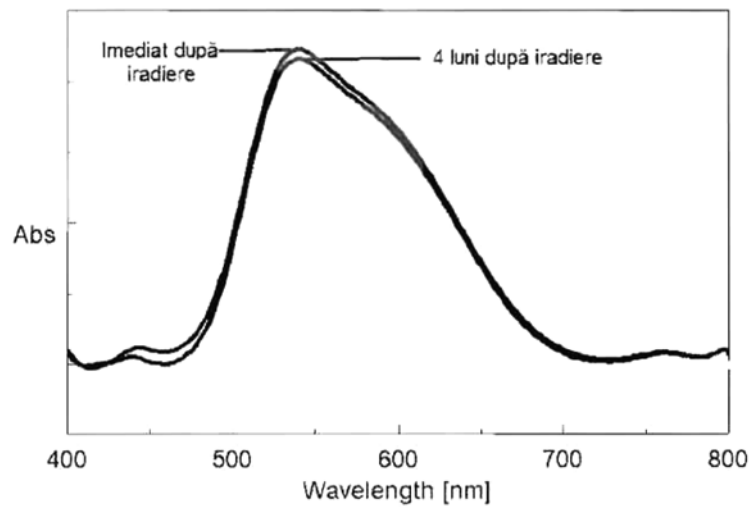


Fig. 7



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM  
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci  
sub comanda nr. 17/2024