



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2021 00510**

(22) Data de depozit: **26/08/2021**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/08/2023** BOPI nr. **8/2023**

(41) Data publicării cererii:
28/01/2022 BOPI nr. **1/2022**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
TEHNOLOGII CRIOGENICE ȘI IZOTOPICE
- ICSI RÂMNICU VÂLCEA, STR. UZINEI
NR. 4, OP RÂURENI, CP 7,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO**

(72) Inventatori:
• **PETREANU MIRELA IRINA,
BD. TINERETULUI, NR.10, BL.B5, SC.A,
ET.5, AP.19, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;**
• **NICULESCU VIOLETA-CAROLINA,
STR.DACIA NR.10, BL. UJCM, SC.B, ET.1,
AP.8, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;**

• **ZAHARIOIU ANCA-MARIA, STR.UNIRII,
NR.29, BABENI, VL, RO;**
• **SOARE AMALIA, STR.CERNA, NR.6,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;**
• **IACOB CIPRIAN GHIORGIȚĂ,
STR.REGINA MARIA, NR.22, BL.MVP,
SC.C, AP.13, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**US 2014/0356621 (A1); RO 133147 (B1);
SAIMA NASREEN, UZAIRA RAFIQUE,
SHERYL EHRMA, MUHAMMAD AQEEL
ASHRAF, "SYNTHESIS AND
CHARACTERIZATION OF MESOPOROUS
SILICA NANOPARTICLES FOR
ENVIRONMENTAL REMEDIATION OF
METALS, PAHs AND PHENOLS",
EKOLOJI, VOL. 27(106),
PP. 1625-1637, 2018**

(54) **PROCEDEU DE SINTEZĂ A NANOPARTICULELOR
DE SILICE MEZOPOROASĂ ȘI SILICE MEZOPOROASĂ
FUNCȚIONALIZATĂ CU GRUPĂRI AMINO**



1 Invenția se referă la prepararea silicei mezoporoase și a silicei mezoporoase funcțio-
2 nalizată cu grupări amino și prezintă procedeul și metodele de obținere a acestora. În sinteză
3 se utilizează ca agent de dirijare a structurii o substanță tensioactivă, Bromura de N,N,N-
4 trimetilhexadecan-1-amoniu, denumită uzual bromura de cetiltrimetilamoniu (CTAB), iar ca
5 surse de siliciu Tetraetoxisilan (tetraetilortosilicat - TEOS). Pentru sinteza silicei funcționali-
6 zate s-a folosit, în plus, 3-(Trietoxisilil)propan-1-amina (aminopropiltriethoxisilan - APTES).
7 Acest compus posedă gruparea amino legată la siliciu printr-un rest propil. Producții obținuți,
8 silicea mezoporoasă (SiO_2) și silicea mezoporoasă funcționalizată cu grupări amino
9 ($\text{SiO}_2(\text{NH}_2)$) au aplicații multiple: în industria farmaceutică, pentru transportul substanțelor
10 medicamentoase prin intermediul sistemelor cu eliberare controlată; ca absorbant în tehnolo-
11 giile de depoluare; ca suport pentru catalizatori; ca filler activ în materiale nanocompozite
12 implicate în stocarea și conversia energiei (polielectroliti).

13 Materialele sintetizate, fac parte din grupul silicelor mezoporoase de tipul SBA-16 și
14 MCM-41. Acestea sunt structuri poroase înalt ordonate, cu pori cilindrici ordonați hexagonal,
15 cu distribuție îngustă a dimensiunii porilor, variind între 2 și 50 nm și suprafața specifică
16 mare, cuprinsă între 500-1000 m^2/g . [**Morsi Rania E. and Mohamed Rasha S.,**
17 **Nanostructured mesoporous silica: influence of the preparation conditions on the**
18 **physical-surface properties for efficient organic dye uptake R. Soc. open**
19 **sci.5172021172021 <http://doi.org/10.1098/rsos.172021>].**

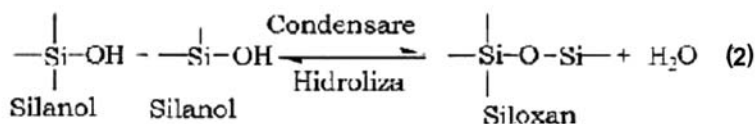
20 Începând din anii 1990, de la descoperirea MCM (Mobile Cristaline Materials) de
21 către Mobil Oil Corporation și a SBA (Santa Barbara Amorphous), studiul silicelor
22 mezoporoase cu structura ordonată s-a dezvoltat continuu. S-au obținut materiale
23 mezoporoase cu diferite structuri: MCM-41, cu pori cilindrici, ordonați hexagonal, MCM-48
24 cu structura cubică, SBA-15 cu pori cilindrici, ordonați hexagonal și SBA-16 cu pori sferici,
25 aranjați într-o structură cubică centrată [**Saima Nasreen, Uzaira Rafique, Sheryl Ehrma,**
26 **Muhammad Aqeel Ashraf, Synthesis and Characterization of Mesoporous Silica**
27 **Nanoparticles for Environmental Remediation of Metals, PAHs and Phenols, Ekoloji,**
28 **27(106): 1625-1637, (2018)].** Aceste materiale se diferențiază atât prin geometia porilor cât
29 și prin dimensiunile acestora și grosimea peretelui de silice. Diametrul porilor este cuprins
30 între 2-20 nm în cazul MCM-41 și între 2-30 nm în cazul SBA-15 [**S. Bhattacharyya, G.**
31 **Lelong and M.-L. Saboungi, Recent progress în the synthesis and selected applications**
32 **of MCM-41: a short review, Journal of Experimental Nanoscience, Vol. 1, No. 3,**
33 **September 2006, 375-395, DOI: 10.1080/17458080600812757].** Peretele de silice este mai
34 gros în cazul SBA-15 (3,1-6,4 nm), decât pentru MCM-41 ceea ce conferă SBA stabilitate
35 hidrotermală și mecanică mai bune [**Sunil Kumar, M.M. Malik, Rajesh Purohit, Synthesis**
36 **of high surface area mesoporous silica materials using soft templating approach,**
37 **Materials Today: Proceedings, 5, (2018), 4128-4133].**

38 Silicea mezoporoasă este preparată în prezent prin două metode principale: metoda
39 sol-gel și metoda hidrotermală [**F. Farjadian et al., Mesoporous silica nanoparticles:**
40 **Synthesis, pharmaceutical applications, biodistribution, and biosafety assessment,**
41 **Chemical Engineering Journal, 359, (2019), 684-705].**

42 Ambele metode folosesc ca surse de siliciu alcoxisilani sau săruri mixte de tip silicați,
43 iar ca agent de dirijare a structurii, substanțe organice cu caracter surfactant, capabile să
44 formeze miclele în soluție. Surfactanții pot fi ionici: cationici (săruri de alchilamoniu) și anionici
45 (alchil fosfați, sulfați sau sulfonați), sau neutri (copolimerii tribloc de tip Pluronic). MCM este
 sintetizat de obicei folosind surfactant cationic, în mediu bazic, iar în sinteza SBA se

folosește ca agent de dirijare a structurii surfactant neutru, în mediu puternic acid [Nabanita Pal, Jun-Hyeok Lee and Eun-Bum Cho, Recent Trends în Morphology-Controlled Synthesis and Application of Mesoporous Silica Nanoparticles, Nanomaterials 2020,10, 2122; doi:10.3390/nanol0112122].

Formarea silicei din precursori de tip alcoxisilani are la bază procesul sol-gel, care constă în reacții de hidroliză a precursorului de silice (ecuația 1) și condensare a produșilor de hidroliză, prin care se formează o rețea de legături siloxan: Si-O-Si (ecuațiile 2 și 3). Procesul decurge în cataliza acidă sau bazică. [Ismail Ab Rahman and Vejayakumaran Padavettan, Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, and Applications în Silica-Polymer Nanocomposites-A Review, Hindawi Journal of Nanomaterials, Vol. 2012, Article ID 132424, 15 pg., doi: 10.1155/2012/132424; Zeid A. AlOthman, A Review: Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials, Materials, 2012, 5, 2874-2902; doi:10.3390/ma5122874].



Mecanismul general de formare a silicelor mezoporoase ordonate este inițiat de formarea micelilor de surfactant, prin autoasamblarea moleculelor tensioactive ale surfactantului în mediu bazic, la atingerea concentrației critice de formare a micelilor (CMC). Ulterior, adăugarea în soluție a precursorului de silice conduce la formarea unui înveliș de silice în jurul micelilor cu rol de matrice (template) și autoasamblarea în rețea, cu formarea particulelor de silice de diferite forme și dimensiuni. Reacțiile sol-gel de formare a silicei sunt inițiate de interacția precursorului de silice cu suprafața micelilor și cu soluția în care decurge procesul. Morfologia și dimensiunile particulelor mezoporoase pot fi controlate prin intermediul mai multor factori: pH-ul soluției, tipul și concentrația de surfactant, sursa de silice, solventul sau amestecul de solvenți, alți aditivi folosiți ș.a. [Ranjith Kumar Kankala, Ya-Hui Han, Jongbeom Na, Chia-Hung Lee, Ziqi Sun, Shi-Bin Wang, Tatsuo Kimura, Yong Sik Ok, Yusuke Yamauchi, Ai-Zheng Chen, and Kevin C.-W. Wu, Nanoarchitected Structure and Surface Biofunctionality of Mesoporous Silica Nanoparticles, Adv. Mater. 2020, 32, 1907035], [Si-Han Wu, Chung-Yuan Mou and Hong-Ping Lin, Synthesis of Mesoporous Silica Nanoparticles, Chem. Soc. Rev., 2013, 42, 3862]. Aceste posibilități de control a structurii mezoporoase au generat numeroase studii privind influența condițiilor de reacție asupra structurii produșilor obținuți, iar cercetarile în acest sens continuă. Prin optimizarea parametrilor de control se urmărește ingineria structurilor mezoporoase pentru aplicațiile dorite. Etapa finală de formare a structurii mezoporoase necesită eliminarea moleculelor de surfactant din porii silicei. Eliminarea compușilor tensioactivi se realizează prin diferite metode: calcinare, solubilizare cu diferiți

RO 135453 B1

1 solvenți, extracție acidă, la reflux, tratare cu apă oxigenată, extracție cu fluide supercritice,
digestie la microunde. [Jorg P. Thielemann, Frank Girgsdies, Robert Schlogland
3 **Christian Hess, Pore structure and surface area of silica SBA-15: influence of washing
and scale-up, Beilstein J. Nanotechnol. 2011, 2, pag. 110-118].**

5 Sinteza nanoparticulelor de silice mezoporoasă, cu structura de pori cilindrici paraleli
în aranjament hexagonal a fost descrisă de Kim și colaboratorii [Youngdo Kim, Suk Jin
7 **Kwon, Hye-kyeong Jang, Byung Mun Jung, Sang Bok Lee and U Hyeok Choi, High Ion
Conducting Nanohybrid Solid Polymer Electrolytes via Single-Ion Conducting
9 Mesoporous Organosilica în Poly(ethyleneoxide), Chem. Mater. 2017, 29, 4401-4410].**
Nanoparticulele de silice mezoporoasă sunt sintetizate printr-o metodă în două etape,
pornind de la precursorul de silice tetraetoxisilan (TEOS), agentul tensioactiv de dirijare a
11 structurii Bromura de N,N,N-trimetilhexadecan-1-amoniu (CTAB) și folosind catalizatorul
bazic NaOH. În prima etapă, sinteza nanoparticulelor de silice se desfășoară în soluție
13 apoasă, la 70°C. A doua etapă constă în eliminarea moleculelor de Bromura de N,N,N-
15 trimetilhexadecan-1-amoniu (CTAB) din porii silicei, prin fierbere la reflux la 110°C, într-un
solvent organic (1,4-Dioxaciclohexan, denumirea uzuală Dioxan) acidifiat, timp de 24 h.
17 Metoda de extracție a agentului tensioactiv (CTAB) este consumatoare de timp, energie și
resurse (apă necesară pentru răcirea refrigerentului).

19 O metodă de sinteză a nanoparticulelor de silice funcționalizată, asistată de micro-
unde (**US 2014/0356621 A1**), propune hidroliza precursorilor de silice tetrametilortosilicat
21 (TMOS) și tetraetil ortosilicat (TEOS) în mediu acid, diluarea speciilor monomer acid silicic
obținute în apă sau acetonă și iradierea soluțiilor de monomeri reactivi cu o sursă de
23 microunde pentru a obține nanoparticule de silice cu dimensiuni precis controlate. S-au
obținut nanoparticule sferice cu diametrul cuprins între 30-250 nm, în funcție de concentrația
25 inițială de precursor.

27 Această metodă, spre deosebire de cea propusă de noi, inițiază hidroliza precursorilor
de silice în mediu acid, promovează condensarea speciilor silan în prezența microundelor
și nu urmărește obținerea unui material mezoporos. În plus, nu se folosește surfactant și nu
29 se obțin structuri mezoporoase.

31 Se cunoaște un procedeu de obținere a unui absorbant pe bază de silice
mezoporoasă (cererea de brevet **RO 133147 A2**) în care materialul mezoporos a fost obținut
din precursori TEOS și APTES, utilizând ca agent de dirijare a structurii CTAB. Spre
33 deosebire de metoda propusă de noi, această sinteză produce hidroliza APTES în cataliza
acidă și folosește ca aditiv bazic hidroxidul de tetraetilamoniu (TEAOH). Îndepărtarea
35 surfactanților din porii silicei se realizează în metanol acidifiat, la reflux. Metanolul este mult
mai toxic decât dioxanul folosit de noi pentru extracția surfactantului CTAB.

37 Scopul invenției este găsirea unor metode optime de sinteză a nanoparticulelor de
silice mezoporoasă și silice mezoporoasă funcționalizată cu grupări amino, materiale
39 avansate, cu aplicații în sistemele cu eliberare controlată, cataliza, depoluare, senzori și
dispozitive energetice.

41 Unul din obiective este îmbunătățirea metodei de sinteză a nanoparticulelor de silice
mezoporoasă în special în etapa a doua a sintezei, prin scurtarea timpului de eliminarea
43 moleculelor de surfactant și diminuarea consumului de resurse (energie și apa de răcire) fără
a scădea calitatea materialului obținut.

45 Al doilea obiectiv este obținerea nanoparticulelor de silice mezoporoasă funcționali-
zată cu grupări amino prin sinteza directă, în timp mai scurt și utilizând reactivi cu toxicitate
47 scăzută.

RO 135453 B1

Sinteza nanoparticulelor de silice mezoporoasă s-a realizat în două etape: (1) în prima etapă s-a sintetizat rețeaua de silice mezoporoasă, sub formă de nanoparticule, în jurul micelilor de surfactant, cu rol de dirijare a structurii; (2) în cea de-a doua etapă s-au obținut nanoparticulele de silice cu structura mezoporoasă, prin eliminarea micelilor de surfactant din porii silicei. Inițial s-a permis formarea micelilor de surfactant în soluția apoasă, prin dizolvarea Bromurii de N,N,N-trimetilhexadecan-1-amoniu în apă și adăugarea promotorului și catalizatorului hidroxid de sodiu (NaOH). Amestecul se agită cu agitator magnetic timp de 5-10 min, după care se adaugă Tetraetoxisilan, în picătură, sub agitare continuă. Se încălzește amestecul de reacție la 70°C și se menține la această temperatură, sub agitare timp de 3 h pentru completarea procesului sol-gel și formarea nanoparticulelor de silice. Se lasă amestecul să se răcească. Gelul rezultat este separat prin filtrare forțată în sistem vidat, pe pâlnie de filtrare cu frita G2, spălat pe frita cu apă distilată și acetonă și uscat lent, la 60°C în etuva vidată. Produsul uscat este mojarat și introdus în vasele de teflon (EasyPrep) ale cuptorului cu microunde Mars 6. Se adaugă apa distilată, dioxan și acid clorhidric în cantități stabilite. Vasele se închid etanș, se introduc în cuptorul cu microunde și se pornește încălzirea conform următorului program: rampa 10°C/min până la 110°C și menținere la această temperatură un timp stabilit (6, 4 și 2 h). Se fixează puterea microundelor la 600 W. După încheierea timpului de reacție produsul este lăsat să se răcească și apoi este filtrat pe pâlnie cu frita G2, spălat pe frita și uscat lent, la 60°C în etuva vidată. S-a obținut astfel o pulbere cu aspect cristalin, de culoare albă [fig. 1a)].

Soluția tehnică adusă în această sinteză constă folosirea microundelor pentru eliminarea moleculelor de surfactant din porii silicei prin încălzire la fierbere în cuptorul cu microunde, în vase etanșe.

Avantajul folosirii microundelor în sinteza nanoparticulelor de silice mezoporoasă și anume, pentru eliminarea compusului surfactant CTAB prin încălzire în sistem închis cu ajutorul microundelor, constă în scurtarea timpului de preparare a silicei mezoporoase și scăderea consumului de resurse (energie și apa de răcire), fără a afecta calitatea materialului obținut.

Sinteza silicei mezoporoase funcționalizate cu grupări amino s-a făcut prin copolimerizarea a doi precursori de silice, Tetraetoxisilan și 3-(Trietoxisilil)propan-1-amina, în soluție alcoolică și cataliza bazică (NaOH). Într-o soluție de apă și alcool etilic (4:1 în raport volumic) se adaugă surfactantul Bromura de N,N,N-trimetilhexadecan-1-amoniu și se omogenizează prin agitare magnetică. După 5 min se adaugă NaOH și se mai agită 5-10 min pentru formarea micelilor. Se adaugă, în picătură și sub agitare continuă, cantitatea stabilită de Tetraetoxisilan și în continuare cea de 3-(Trietoxisilil)propan-1-amina; raportul molar între cei doi precursori de silice Tetraetoxisilan: 3-(Trietoxisilil)propan-1-amina este de aproximativ 2,4. Se crește temperatura amestecului de reacție la 70°C și se menține amestecul la această temperatură, sub agitare continuă, timp de 3 h. Compusul format se separă prin filtrare pe pâlnia de filtrare cu frita G2, se spală pe filtru și se usucă la etuvă, la vid, la 60°C. Pulberea obținută se mojarează și se introduce în balonul instalației de reflux împreună cu cantități stabilite de apă, dioxan și acid clorhidric. Se fierbe la reflux, la 110°C, timp de 5 h. Se filtrează produsul obținut pe pâlnie cu frita G2, se spală pe filtru și se usucă în etuva cu vid, la 60°C, timp de 3 zile.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este de a obține nanoparticule de silice mezoporoasă funcționalizată cu grupări amino prin scurtarea timpului de preparare și scăderea consumului de resurse (energie și apa de răcire), fără a afecta calitatea materialului obținut.

RO 135453 B1

1 Pentru producerea silicei mezoporoase funcționalizate cu grupări amino s-a folosit
o metodă de sinteză directă, în care precursorul care conține grupări amino (3-
3 (Trietoxisilil)propan-1-amina, APTES) condensază cu celalalt precursor de silice (Tetraetoxi-
silan, TEOS). Avantajul metodei constă în obținerea unui material sub formă de nano-
5 particule sferice de silice cu un conținut ajustabil de grupări amino înglobate în structura de
silice, în funcție de raportul celor doi precursori. Un alt avantaj este folosirea unui solvent
7 organic mai puțin toxic pentru eliminarea surfactantului prin fierbere la reflux, comparativ cu
metodele de sinteză asemănătoare. Această silice poate fi folosită ca atare sau poate lega
9 alți compuși prin intermediul grupărilor amino de pe suprafață.

Materialele obținute prin cele două metode de sinteză [fig. 1 a) și b)], au fost carac-
11 terizate prin analiza elementală, spectroscopie de infraroșu (FTIR), microscopie electronică
(SEM) și absorbție de azot (metoda BET).

13 Exemplul 1

Determinarea compoziției silicei mezoporoase obținute s-a făcut prin analiza
15 elementală utilizând un aparat Flash 2000 (Thermo Scientific, UK) cu coloana de separare
Poropak Q și detector TCD. S-au analizat cantitativ următoarele elemente: carbon (C),
17 hidrogen (H) și azot (N). Aceste elemente nu sunt caracteristice silicei (SiO_2). Ele se pot
întâlni în compoziția silicei mezoporoase doar ca urmare a hidrolizei incomplete a precursori-
19 lor de silice (C și H), eliminării incomplete a surfactantului (C, H, N) sau prezenței grupărilor
reactive hidroxil (OH) pe suprafața silicei (H).

S-au analizat următoarele materiale: (1) silicea din care nu s-a extras surfactantul
21 CTAB (MS I), (2) silicea din care s-a extras CTAB prin fierbere la reflux timp de 24 h (MS II)
și (3) silicea din care s-a extras CTAB în cuptorul cu microunde, cu timpi de încălzire la
23 microunde diferiți: 6, 4 sau 2 h (MSW 6 h, MSW 4 h și MSW 2 h) și (4) silicea funcționalizată
cu grupări amino (MS-NH₂). Rezultatele sunt prezentate în tabelul 1. Se observă o scădere
25 semnificativă a procentului de carbon, dar și a cantității de hidrogen și azot la compușii din
care s-a extras CTAB. Deși în cazul compusului extras la microunde timp de două ore, MSW
27 2 h, procentul de azot este mai mare cu 0,02% decât în cazul compusului din care
surfactantul s-a extras la reflux, putem considera că metoda de extracție la microunde, timp
29 de 2 h, poate înlocui cu succes extracția la reflux.

31 Procentul mare de azot (3,19%) în compoziția $\text{SiO}_2\text{-NH}_2$ dovedește imobilizarea cu
succes a grupărilor amino în structura de silice.

33 Exemplul 2

Analiza prin spectroscopie în infraroșu (FTIR) a compușilor obținuți arată eliminarea
35 cu succes a surfactantului CTAB. În spectrele FTIR se observă scăderea picurilor specifice
legăturii C-H din CTAB, de la 2851 și 2922 cm^{-1} (fig. 2 (a)).

37 Prezenta grupării amino în compusul MS-NH₂ este pusă în evidență în spectrul FTIR
al compusului MS-NH₂ (fig. 2(b)): banda largă de absorbție între 3300-2700 cm^{-1} , cuprinde
39 vibrațiile de întindere a legăturii N-H (când grupările NH₂ participă la legături de hidrogen)
și absorbțiile date de vibrațiile de întindere ale legăturilor C-H din resturile propil (din
41 APTES). În plus, picurile de la 1610 și 690 cm^{-1} sunt date de vibrațiile de deformare ale
legăturii N-H din gruparea amino. [13]

43 Achiziția spectrelor s-a făcut folosind un aparat Agilent Cary 630 ATR-FTIR (Agilent
Technologies, Inc., US), prin metoda reflecție totală atenuată (ATR), cu proba așezată pe
45 un cristal de diamant. Înainte de scanare, probele au fost uscate timp de 24 h la etuvă, la
80°C, pentru a elimina orice urmă de apă adsorbită pe suprafața silicei.

Exemplul 3

Imaginile SEM înregistrate cu un Microscop electronic Sigma VP FEG Cari Zeiss (probele fiind dispuse pe un suport carbonic adeziv) indică o morfologie sferică a nanoparticulelor pentru toate cele trei probe analizate (fig. 3 a, b și c).

Exemplul 4

Pentru înregistrarea izotermelor de absorbție s-a folosit un echipament Quantachrome Autosorb IQ, de la Quantachrome Instruments, US. S-au înregistrat izotermele de absorbție a azotului pentru probele de silice cu surfactant CTAB (MS I), silice din care CTAB a fost extras la reflux (MS II) și silice din care CTAB a fost extras la microunde (MSW). Conform clasificării IUPAC compusul MS I prezintă izoterma tip III, iar MS II și MSW prezintă izoterme de tip II, caracteristice structurii mezoporoase (fig. 4).

S-au determinat suprafețele specifice și diametrul porilor prin metodele BET respectiv BJP și valorile acestora sunt prezentate în tabelul 2. S-au obținut valori mari ale suprafeței specifice atât pentru silicea sintetizată prin metoda eliminării surfactantului la reflux (MS II: 995,8 m²/g); cât și prin metoda eliminării surfactantului la microunde (MSW: 912,3 m²/g). Diametrul mediu al porilor este de 2,97 nm pentru MS II și de 2,96 nm pentru MSW, valori ce se încadrează în domeniul mezopozilor.

Tabelul 1

Proba	Compoziția elementală a probelor (procente atomice)		
	C(%)	H (%)	N(%)
MSI	29,27	5,84	1,89
MS II	2,80	1,38	0,25
MSW 2 h	2,5	1,59	0,27
MSW 4 h	2,46	1,11	0,23
MSW 6 h	3	1,21	0,22
MS-NH ₂	13,21	4,31	3,19

Tabelul 2

Proba	Suprafața specifică (m ² /g)	(p mediu pori (nm))
MS I	159	62,1
MS II	995,8	2,97
MSW II	912,3	2,96

RO 135453 B1

Revendicări

1

3

1. Procedeu de sinteză a nanoparticulelor de silice mezoporoasă cu pori cilindrici paraleli și morfologie hexagonală, **caracterizat prin aceea că**, se realizează în două etape:

5

- sinteza structurii de silice pornind de la precursorul tetraetoxi-silan, utilizând ca agent de dirijare a structurii agentul tensioactiv de N,N,N-trimetilhexadecan-1-amoniu;

7

- funcționalizarea nanoparticulelor de silice mezoporoasă cu grupări amino prin copolimerizarea a doi precursori de silice, tetraetoxisilan și 3-(trietoxisilil)propan-1-amina, în soluție alcoolică și cataliză bazică (NaOH);

9

- eliminarea agentului tensioactiv din pori prin încălzire la microunde la 110°C rezultând structura mezoporoasă de silice funcționalizată cu grupări amino.

11

13

2. Utilizarea nanoparticulelor de silice mezoporoasă și silice funcționalizată cu grupări amino ca filer pentru producerea de materiale nanocompozite cu aplicații în dispozitive de producere și stocare a energie (pile de combustie și baterii).

(51) Int.Cl.

B01J 20/10 (2006.01);

C01B 33/12 (2006.01);

H01M 10/05 (2010.01)

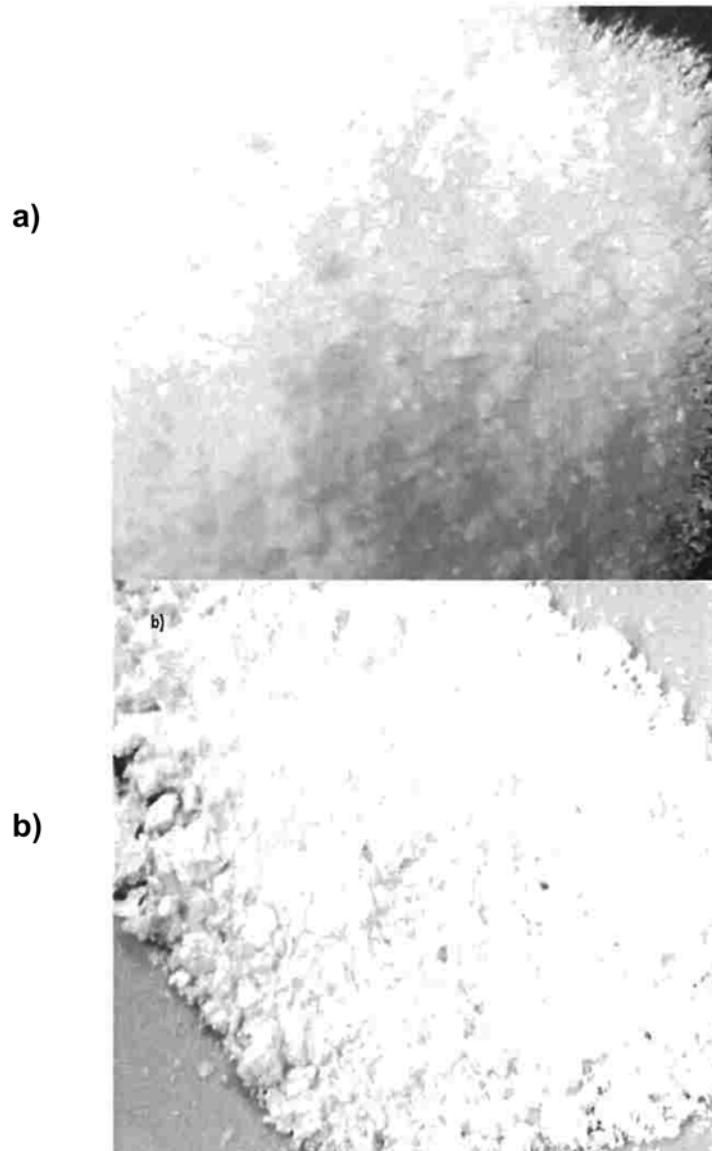


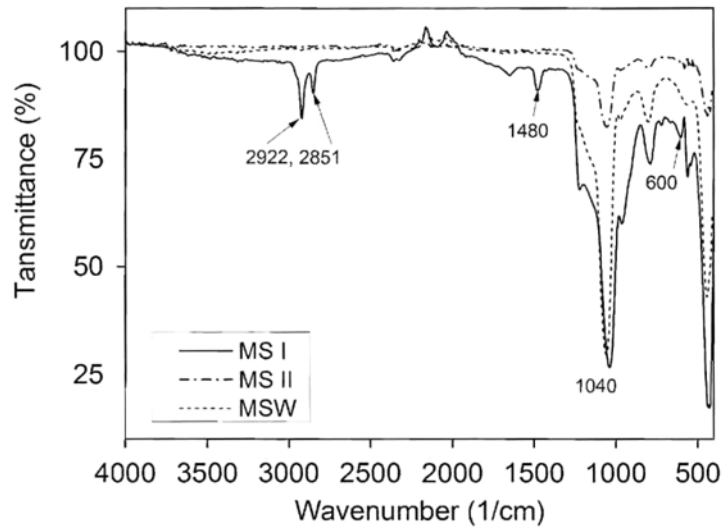
Fig. 1

(51) Int.Cl.

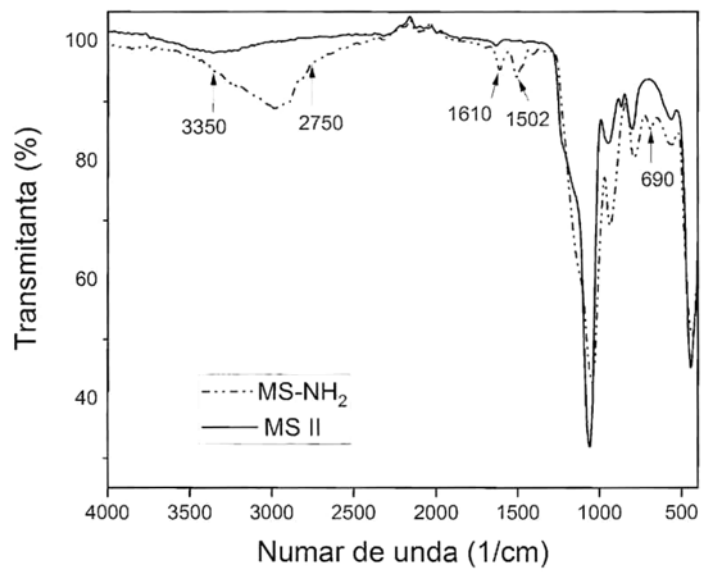
B01J 20/10 (2006.01);

C01B 33/12 (2006.01);

H01M 10/05 (2010.01)



a)



b)

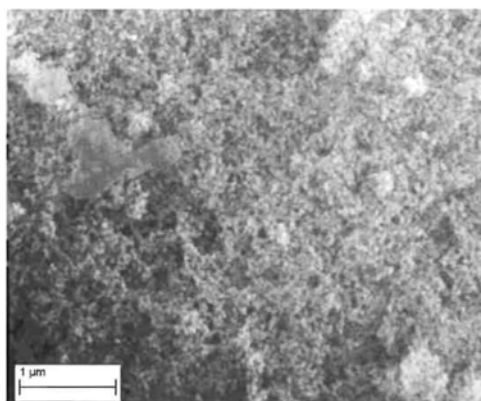
Fig. 2

(51) Int.Cl.

B01J 20/10 (2006.01);

C01B 33/12 (2006.01);

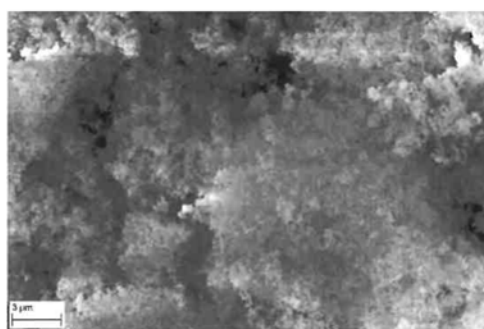
H01M 10/05 (2010.01)



a)



b)



c)

Fig. 3

(51) Int.Cl.

B01J 20/10 (2006.01);

C01B 33/12 (2006.01);

H01M 10/05 (2010.01)

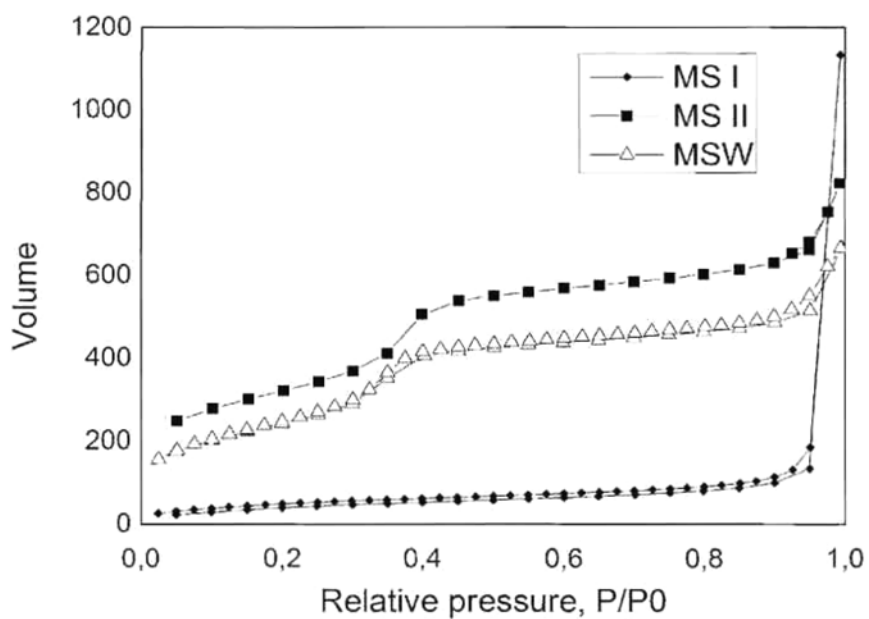


Fig. 4



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 342/2023