



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2021 00497**

(22) Data de depozit: **23/08/2021**

(41) Data publicării cererii:
28/02/2023 BOPI nr. **2/2023**

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA DIN PITEŞTI,
STR.TÂRGUL DIN VALE NR.1, PITEŞTI,
AG, RO

(72) Inventatori:
• NEGREA AURELIAN DENIS,
STR.BOBOCILOR, NR.61, SAT BĂRĂŞTII
DE CEPTURI, COMUNA BĂRĂŞTI, OT, RO;

• MODAN ECATERINA MAGDALENA,
STR. PRELUNGIREA MICSUNELE, NR.15,
SAT UIASCA, COMUNA BASCOV, AG, RO;
• MALEA CLAUDIU-IONUȚ,
STR.PRINCIPALĂ, NR.633-11,
SAT CĂLINEȘTI, COMUNA CĂLINEȘTI, AG,
RO;
• MOGA SORIN GEORGIAN,
STR.FRATII GOLEȘTI, NR.108, BL.S4,
SC.B, AP.26, PITEŞTI, AG, RO;
• DUCU MARIAN CĂTĂLIN,
STR. ARGEŞULUI NR. 4A, PITEŞTI, AG, RO

(54) PROCEDEU DE IMPREGNARE A MONOLIȚILOR CERAMICI CU NANOPULBERI PENTRU OBȚINEREA SISTEMELOR CATALITICE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de impregnare a monoliților ceramici cu soluții de nanoparticule de oxizi de Fe dopați cu metale alcaline pentru reducerea catalitică a poluanților gazoși eliberați de motoarele cu ardere internă. Procedeul conform inventiei are următoarele etape:

a) curățarea (1) monoliților ceramici în acid azotic cu concentrația de 65%, timp de 24 ore la temperatura camerei,

b) spălarea (2) monoliților ceramici cu apă distilată în baia cu ultrasunete timp de 5...10 minute la o frecvență de operare de 38 kHz±10% și o putere de 75 W,

c) uscarea (3) monoliților ceramici într-un cupor termic înainte de impregnare timp de 4 ore la o temperatură de 120°C,

d) impregnarea (4) monoliților ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice în următoarele condiții: timpul de expunere al monoliților în soluție de nanopulberi de oxizi de Fe dopați cu

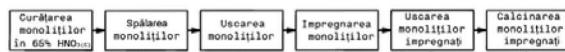
metale alcaline astfel: Li 1%, Na 1%, K 1% și Cs 1% procente în greutate, timp de 60 minute, la o frecvență de operare de 38 kHz±10% și o putere de 75 W,

e) uscarea (5) monoliților ceramici impregnați în cupor la o temperatură cuprinsă între 110...120°C timp de 12 ore și

f) calcinarea (6) monoliților ceramici impregnați și uscați într-un cupor termic, timp de 4 ore la o temperatură cuprinsă între 450...650°C.

Revendicări: 8

Figuri: 1



Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



OFICIAL	INVENTIÎN SI MARCI
Cerere de brevet de inventie	
Nr. a	2021 00497
Data depozit 23-08-2021	

a. Titlul invenției

**PROCEDEU DE IMPREGNARE A MONOLIȚILOR CERAMICI CU
NANOPULBERI PENTRU OBȚINEREA SISTEMELOR CATALITICE**

b. Precizarea domeniului de aplicare a invenției

Invenția se referă la un procedeu de impregnare a monolișilor ceramici cu soluții de nanoparticule de oxizi de fier dopați cu metale alcaline pentru reducerea catalitică a poluanților gazoși eliberați de motoarele cu ardere internă. Conform invenției, procedeul constă în impregnarea umedă a soluțiilor sonicate pe monolișii ceramici constituși din pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin Li 1%, pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin Na 1%, pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin K 1% și pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin Cs 1%.

c. Precizarea stadiului cunoscut al tehnicii în domeniul obiectului invenției, cu menționarea dezavantajelor soluțiilor tehnice cunoscute

Utilizarea elementelor catalitice pentru diminuarea poluanților de la motoarele cu ardere internă este una larg studiată și aplicarea cercetărilor legate de noi sisteme catalitice în industria construcțiilor de mașini este una de mare actualitate. Oxidul de fier nanostructurat poate avea un rol important atât ca element catalitic activ cât și ca suport secundar pentru fixarea unor catalizatori activi. Soluțiile constructive folosite sunt fie creșterea suprafeței active prin diminuarea dimensiunii de particulă, fie doparea oxidului de fier cu alte elemente pentru sporirea activității catalitice, fie însămânțarea nanostructurilor catalitice cu anumiți catalizatori consacrați (ex. Pt sau alte metale nobile) ori alt tip de elemente catalitice pentru a fi mai economice (ex. metale alcaline) [1] fie cu o activitate catalitică sporită. În ce privește compușii pe bază de oxizi de fier dopați sau ca și ferite mixte în combinație cu metale alcaline - sunt evidențiate o paletă largă de utilizări, toate mizând pe îmbunătățirea activității lor catalitice, fie în dehidrogenarea compușilor organici [1], fie în baterii reîncărcabile în compoziția catodului [2], fie în diminuarea ponderii oxizilor de azot în amestecul gazelor de ardere [3].

Catalizatorii actuali folosesc platină ca element catalitic, iar cantitatea necesară este de cinci ori mai mare la motoarele diesel față de cele pe benzină. Prețul platinei fiind în creștere se dorește o înlocuire a acestuia cu oxid de fier dopat cu metale alcaline, care să fie impregnat



pe monolitul ceramic pentru a genera suporti cu suprafață specifică mare, cu scopul de a reduce gazele de eșapament produse de motoarele cu ardere internă [4].

d. Problema tehnică pe care o rezolvă invenția

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este aceea de a utiliza un procedeu rapid de impregnare prin sonicare a unor monoliți ceramici cu nanopulberi de oxizi de fier dopați cu metale alcaline pentru reducerea catalitică a poluanților gazoși eliberați de motoarele cu ardere internă.

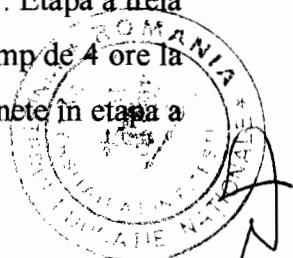
e. Prezentarea soluției tehnice a invenției

Procedeul de impregnare prin sonicare la o frecvență de operare de $38\text{kHz} \pm 10\%$ și o putere de 75W a monolițiilor bazat pe curățarea inițială a acestora în acid azotic concentrat (65%) timp de 24 ore la temperatura camerei, spălarea cu apă distilată, uscarea în cuptorul termic a monolițiilor înainte și după impregnare timp de 4 -12 ore în intervalul de temperatură $110\text{-}120^\circ\text{C}$ și calcinarea acestora după impregnare timp de 4 ore la o temperatură cuprinsă între 450°C și 650°C .

Monoliții impregnați sunt constituși din: pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin Li 1%, pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin Na 1%, pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin K 1%, pulberi de oxid de fier dopat cu metal alcalin Cs 1%, fiind obținuți prin impregnare umedă. Invenția reprezintă o alternativă economică, folosind monolitul impregnat cu oxid de fier dopat cu metale alcaline, de a reduce a gazele de eșapament eliberate de motoarele cu ardere internă.

f. Prezentarea unuia sau mai multor exemple de realizare a invenției

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figura 1 în care sunt prezentate etapele de realizare a procedeului de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice. Prima etapă a procedeului, notată cu 1 în figura 1, a constat în curățarea suprafeței prin imersarea monolițiilor în acid azotic concentrat (65%), timp de 24 ore la 25°C . Spălarea monolițiilor este a doua etapă a procedeului, notată cu 2 în figura 1, și a constat în introducerea monolițiilor în apă distilată, în baia cu ultrasunete timp de 5-10 min la o frecvență de operare de $38\text{kHz} \pm 10\%$ și o putere de 75 W. Etapa a treia a procedeului, notată cu 3 în figura 1, a constat în uscarea în cuptorul termic timp de 4 ore la 120°C . Monoliții astfel curătați sunt impregnați prin sonicare în baia cu ultrasunete în etapa a



patra, notată cu 4 în figura 1 în următoarele condiții: timpul de expunere a monoliștilor în soluțiile de nanopulberi de oxizi de fier dopați cu metale alcaline (Li 1%, Na 1%, K 1% și Cs 1%), 60 min, frecvență de operare de $38\text{kHz} \pm 10\%$ și o putere de 75W. Pentru a avea 3-4 % din greutatea inițială procesul de impregnare s-a efectuat de mai multe ori. Etapa a cincea, notată cu 5 în figura 1 a constat în uscarea monoliștilor impregnați în cuptorul termic la $110\text{-}120^\circ\text{C}$ timp de 12h. Ultima etapă, notată cu 6 în figura 1 a reprezentat-o calcinarea în cuptorul termic timp de 4 ore în intervalul de temperatură $450\text{-}650^\circ\text{C}$

Monoliști astfel obținuți după parcurgerea etapelor sunt utilizati pentru elaborarea sistemelor catalitice cu rolul de a reduce gazele de eșapament de la motoarele cu ardere internă.

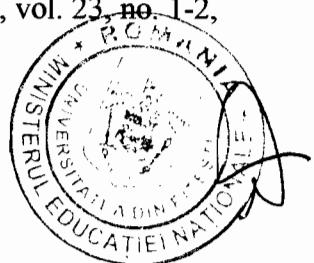
g. Prezentarea avantajelor rezultate din aplicarea invenției

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

1. Procedeul constituie o alternativă economică, conținând elemente alcaline care sporesc activitatea catalitică;
2. Avantajul procedeului de impregnare prin sonicare ar fi puritatea, suprafața ridicată, omogenitatea, controlul porozității, simplitatea și utilizarea echipamentelor cu un preț redus;
3. Procedeu rapid, în doar 6 etape.

Bibliografie

1. S. Martelli , A. Mancini , R. Giorgi , R. Alexandrescu , S. Cojocaru , A. Crunceanu , I. Voicu, M. Balu, I. Morjan „Production of iron-oxide nanoparticles by laser-induced pyrolysis of gaseous precursors” Applied Surface Science 154–155 2000 353–359,
2. R. Alexandrescu, V. Bello, V. Bouzas, R. Costo, F. Dumitrache, M. A. García, R. Giorgi, M. P. Morales, I. Morjan, C. J. Serna, S. Veintemillas-Verdaguer „Iron Oxide Materials Produced by Laser Pyrolysis” 1275, 22 (2010); doi: 10.1063/1.3505075
3. I. Morjan, R. Alexandrescu, I. Soare et al., “Nanoscale powders of different iron oxide phases prepared by continuous laser irradiation of iron pentacarbonyl-containing gas precursors,” Materials Science and Engineering C, vol. 23, no. 1-2, pp. 211–216, 2003.U.S. 10470466B2

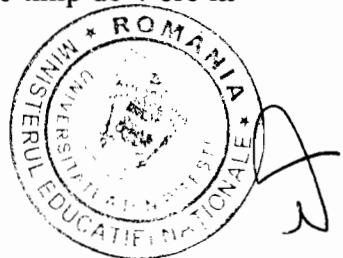


4. Ernest Popovici, Florian Dumitache, Ion Morjan, Rodica Alexandrescu, Victor Ciupina, Gabi Prodan, Ladislau Vekas, Doina Bica, Oana Marinica, Eugeniu Vasile Iron/iron oxides core–shell nanoparticles by laser pyrolysis: Structural characterization and enhanced particle dispersion Applied Surface Science 254 (2007) 1048–1052.

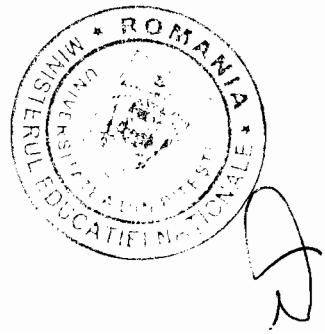


REVENDICĂRI

1. Procedeu de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, caracterizat prin aceea că este format din 6 etape de lucru: curățare monoliți (1), spălare (2), uscare (3), impregnare prin sonicare a monolițiilor cu soluțiile ce conțin nanopulberi de oxizi de fier dopați cu metale alcaline (4), uscarea monolițiilor impregnați (5) și calcinarea (6), conform figurii 1.
2. Procedeu de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că etapa de curățare a monolițiilor a fost realizată cu acid azotic concentrat 65%, timp de 24 ore la temperatura camerei.
3. Procedeu de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, conform revendicărilor 1 și 2, caracterizat prin aceea că monoliții au fost spălați cu apă distilată, în baia cu ultrasunete timp de 5-10 min la o frecvență de operare de $38\text{kHz} \pm 10\%$ și o putere de 75 W, realizată în etapa 2.
4. Procedeu de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, conform revendicărilor 1, 2 și 3 caracterizat prin aceea că monoliții au fost uscați în cuptorul termic timp de 4 ore la 120°C .
5. Procedeu de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, conform revendicărilor 1, 2 , 3 și 4 caracterizat prin aceea că monoliții astfel curătați au fost impregnați prin sonicare în baia cu ultrasunete în următoarele condiții: timpul de expunere a monolițiilor în soluțiile de nanopulberi de oxizi de fier dopați cu metale alcaline (Li 1%, Na 1%, K 1% și Cs 1%), 60 min, frecvență de operare de $38\text{kHz} \pm 10\%$ și o putere de 75W.
6. Procedeu de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, conform revendicărilor 1, 2 , 3, 4 și 5 caracterizat prin aceea că monoliții după impregnare au fost uscați în cuptorul termic la $110\text{-}120^{\circ}\text{C}$ timp de 12 ore.
7. Procedeu de impregnare a monolițiilor ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, conform revendicărilor 1, 2 , 3, 4, 5 și 6 caracterizat prin aceea că monoliții după impregnare au fost calcinați în cuptorul termic timp de 4 ore în intervalul de temperatură $450\text{-}650^{\circ}\text{C}$



8. Procedeu de impregnare a monoliților ceramici cu nanopulberi pentru obținerea sistemelor catalitice, caracterizat prin aceea că actualii catalizatori folosesc platina ca element catalitic pentru reducerea poluanților gazoși, sunt înlocuiți cu oxizi de fier dopați cu metale alcaline pentru a genera suporți cu suprafață specifică mare.



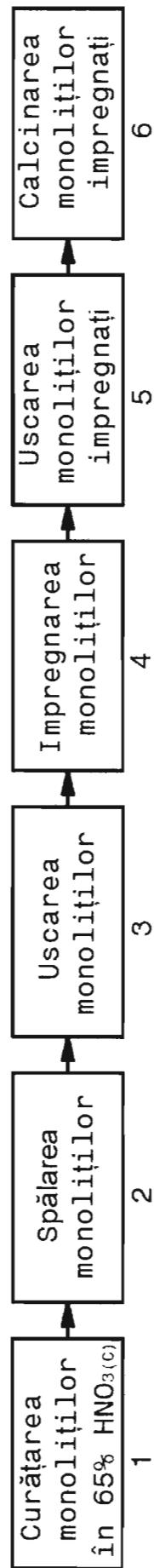


Fig. 1

