



MD 712 Z 2014.07.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **712** (13) **Z**
(51) Int.Cl: *B82Y 40/00* (2011.01)
C01G 39/00 (2011.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ**

(21) Nr. depozit: s 2013 0058 (22) Data depozit: 2013.03.26	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2013.12.31, BOPI nr. 12/2013
(71) Solicitant: UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD (72) Inventatori: TROFIM Viorel, MD; LUPAN Oleg, MD; CREȚU Vasilii, MD (73) Titular: UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD	

(54) **Procedeu de obținere a nanostructurilor de MoO₃**

(57) **Rezumat:**

Invenția se referă la tehnologia de producere a materialelor nanostructurate, în particular la un procedeu de obținere a nanostructurilor de oxid de molibden.

Procedeu de obținere a nanostructurilor de MoO₃ include degresarea unei tije de molibden, introducerea ei într-un reactor de cuarț, închis dintr-o parte și încălzit preventiv până la o temperatură de 670...950°C, introducerea în reactor printr-un tub de cuarț a

vaporilor de apă distilată. Nanostructurile încep a se depune pe suprafața interioară a reactorului, la ieșirea lui, după 10...15 min de menținere în această zonă a temperaturii de 420°C.

Revendicări: 1

Figuri: 4

MD 712 Z 2014.07.31

(54) Process for producing MoO₃ nanostructures**(57) Abstract:**

1
The invention relates to the nanostructured material production technology, in particular to a process for producing molybdenum oxide nanostructures.

The process for producing MoO₃ nanostructures includes the degreasing of a molybdenum rod, its introduction into a quartz reactor, closed on one side and preheated to a temperature to a temperature of 670...950°C, introduction into the reactor through the quartz

2
tube of distilled water vapors. Nanostructures begin to precipitate on the inner surface of the reactor, to its output, after 10...15 min of maintenance in this zone of the temperature of 420°C.

Claims: 1

Fig.: 4

(54) Способ получения наноструктур MoO₃**(57) Реферат:**

1
Изобретение относится к технологии производства наноструктурированных материалов, в частности к способу получения наноструктур из оксида молибдена.

Способ получения наноструктур из MoO₃ включает обезжиривание стержня из молибдена, введение его в кварцевый реактор, закрытый с одной стороны и

2
предварительно нагретый до температуры 670...950°C, введение в реактор через кварцевую трубку паров дистиллированной воды. Наноструктуры начинают осаждаться на внутренней поверхности реактора, к его выходу, после 10...15 мин поддержания в этой зоне температуры в 420°C.

П. формулы: 1

Фиг.: 4

Descriere:

Invenția se referă la tehnologia de producere a materialelor nanostructurate, în particular la un procedeu de obținere a nanostructurilor de oxid de molibden.

5 Nanostructurile din oxid de molibden sunt folosite pe larg ca senzori de gaze (H_2 , NH_3 , NO_2 , CO), fototranzistori, elemente fotovoltaice.

Este cunoscut un procedeu de obținere a nanobaghetelor de MoO_3 din soluția de $MoO_3 \cdot 2H_2O$ prin metoda solvotermală. Tratarea are loc în apă la o temperatură de $180^\circ C$, într-un mediu acid și timp de la câteva ore până la 7 zile [1].

10 Dezavantajul acestui procedeu este timpul îndelungat de creștere a acestor nanostructuri.

Este cunoscut, de asemenea, procedeu de obținere a nanostructurilor prin încălzirea directă a spiralei de Mo în atmosferă. Datorită trecerii curenților de 25, 50, 75 A, spirala se încălzește până la temperaturile de 700, 1000, $1300^\circ C$, respectiv. Depunerea nanostructurilor are loc pe o plachetă din Si, încălzită până la $200^\circ C$, plasată la 5 cm de spirală [2].

15 Dezavantajul acestui procedeu este temperatura înaltă a procesului. Dezavantajul ambelor procedee constă în imposibilitatea de reglare a dimensiunilor nanostructurilor.

Cea mai apropiată soluție este procedeu de obținere a structurilor de MoO_3 , care constă în încălzirea unei plăci de molibden la temperatura de $1000 \dots 1080^\circ C$ într-un tub de cuarț direct în aer. Nanostructurile se obțin în regiunea tubului de cuarț cu temperatura de 20 $360 \dots 380^\circ C$. Timpul de creștere este între 0,5 și 24 ore [3].

Dezavantajul acestui procedeu este temperatura înaltă în cuptor în timpul creșterii.

Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în obținerea nanostructurilor de MoO_3 prin oxidarea termică rapidă în vapori de apă a tije de molibden la temperaturi relativ mici și timpul redus.

25 Procedeu, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că include degresarea unei tije de molibden, introducerea ei într-un reactor de cuarț, închis dintr-o parte și încălzit preventiv până la o temperatură de $670 \dots 950^\circ C$, introducerea în reactor printr-un tub de cuarț a vaporilor de apă distilată. Nanostructurile încep a se depune pe suprafața interioară a reactorului, la ieșirea lui, după 10...15 min de menținere în această zonă a temperaturii de $420^\circ C$.

30 Rezultatul invenției constă în obținerea nanostructurilor de MoO_3 . Cantitatea nanostructurilor depinde de timpul procesului, iar dimensiunile maxime depind de temperatura procesului.

35 Procesul de creștere a nanostructurilor a avut loc în intervalul de temperaturi $670 \dots 950^\circ C$ și timp de 10...15 min.

Invenția se explică prin imaginile reprezentate în fig. 1 – 4, care reprezintă componența chimică a nanostructurilor MoO_3 și imaginile fotografice ale nanostructurilor, obținute la diferite temperaturi și intervale de timp, realizate cu un microscop electric la scanarea lor:

- 40 - fig. 1, componența chimică a nanostructurilor MoO_3 ;
- fig. 2, imaginea nanostructurilor obținute la temperatura de $670^\circ C$ și $t = 15$ min;
- fig. 3, imaginea nanostructurilor obținute la temperatura de $800^\circ C$ și $t = 15$ min;
- fig. 4, imaginea nanostructurilor obținute la temperatura de $900^\circ C$ și $t = 10$ min.

Exemplu de realizare

45 O tijă din molibden cu diametrul de 3 mm cu puritatea 99,8% a fost degresată în toluen marca CPA, apoi spălată în apă distilată. Tija din molibden a fost introdusă în reactorul din cuarț închis dintr-o parte, prealabil încălzit într-un cuptor electric industrial (CDO-125/4) până la temperatura minimală de $670^\circ C$.

50 Printr-un tub de cuarț cu diametrul de 8...10 mm au fost introduși în reactor vapori de apă distilată dintr-un barbotor, unde apa fierbea. Presiunea vaporilor saturați era de aproximativ 1 atm.

Ca rezultat al reacției chimice dintre molibden și vaporii de apă s-au format vapori din MoO_3 , care se mișcau spre ieșirea din reactor. Pe suprafața reactorului la temperatura de $420^\circ C$ s-au format nanostructurile de MoO_3 . Compoziția nanostructurilor de MoO_3 a fost monitorizată prin analiza spectrogramei de dispersie energetică a razelor X (EDX) înregistrate de un spectrometru (Oxford Instrument Analytical), atașat la un microscop electric VEGA TS5130MM (fig. 1).

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. Greta R. Patzke, Alexej Michailovski, Frank Krumeich and etc. One-Step Synthesis of Submicrometer Fibers of MoO₃, Chem. Mater., 2004, 16 (6), p. 1126-1134
2. Ye Zhao, Jingguo Liu, Ya Zhou, Zhengjun Zhang and etc. Preparation of MoO₃ nanostructures and their optical properties. J. Phys.: Condens. Matter, 2003, V. 15 L547-L552
3. Petre Badica. Preparation through the Vapor Transport and Growth Mechanism of the First-Order Hierarchical Structures of MoO₃ Belts on Sillimanite Fibers, Crystal Growth & Design, 2007, V. 7 (4), p. 794-801

(57) Revendicări:

Procedeu de obținere a nanostructurilor de MoO₃, care include degresarea unei tije de molibden, introducerea ei într-un reactor de cuarț, închis dintr-o parte și încălzit preventiv până la o temperatură de 670...950°C, introducerea în reactor printr-un tub de cuarț a vaporilor de apă distilată, iar nanostructurile încep a se depune pe suprafața interioară a reactorului, la ieșirea lui, după 10...15 min de menținere în această zonă a temperaturii de 420°C.

Șef secție:

SĂU Tatiana

Examinator:

GHIȚU Irina

Redactor:

CANȚER Svetlana

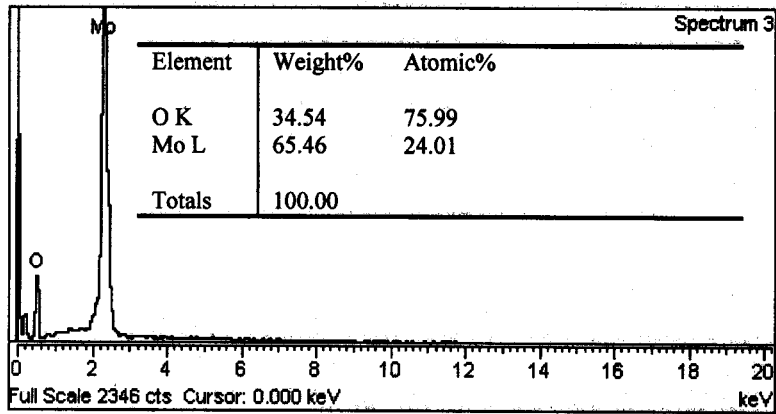


Fig. 1

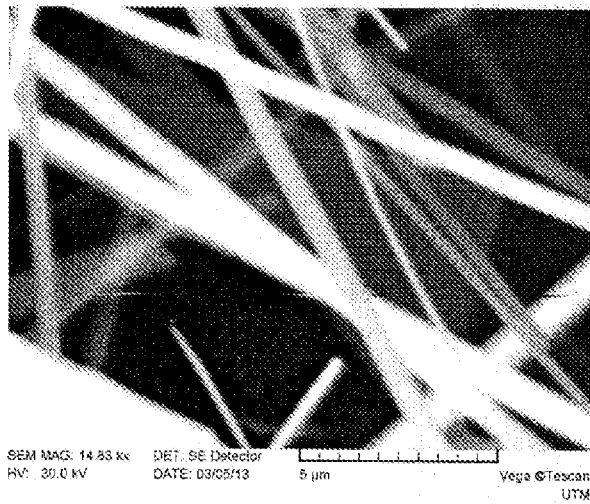


Fig. 2

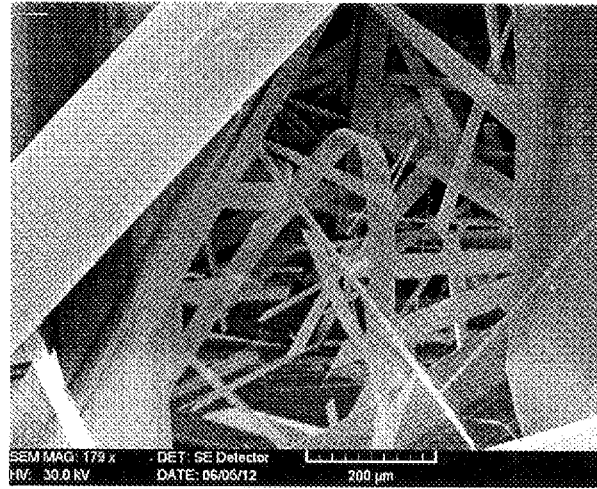


Fig. 3

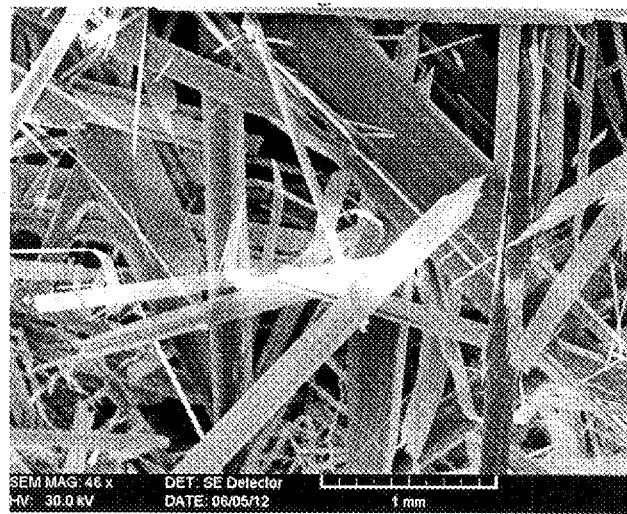


Fig. 4

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii		
(21) Nr. depozit: s 2013 0058		
(22) Data depozit: 2013.03.26		
(71) Solicitant: UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD		
(54) Titlul: Procedeu de obținere a nanostructurilor de MoO₃		
II. Clasificarea obiectului invenției:		
(51) Int.Cl: B82Y 40/00 (2011.01) C01G 39/00 (2011.01)		
III. Colecții și Baze de date de brevete cercetate (denumirea, termeni caracteristici, ecuații de căutare reprezentative)		
MD - Intern « Documentare Invenții » (inclusiv cereri nepublicate; trunchiere automată stanga/dreapta): B82Y, C01G 39, MoO, Trofim, molibden		
EA, CIS (Eapatis): B82Y, C01G 39, MoO, способ, нанострукт*, молибден*		
IV. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate		
V. Documente considerate a fi relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A, D	Greta R. Patzke, Alexej Michailovski, Frank Krumeich and etc. One-Step Synthesis of Submicrometer Fibers of MoO ₃ , Chem. Mater., 2004, 16 (6), p. 1126-1134	1
A, D	Ye Zhao, Jingguo Liu, Ya Zhou, Zhengjun Zhang and etc. Preparation of MoO ₃ nanostructures and their optical properties. J. Phys.: Condens. Matter, 2003, V. 15 L547-L552	1
A, C, D	Petre Badica. Preparation through the Vapor Transport and Growth Mechanism of the First-Order Hierarchical Structures of MoO ₃ Belts on Sillimanite Fibers, Crystal Growth & Design, 2007, V. 7 (4), p. 794-801	1
* categoriile speciale ale documentelor citate:		
A – document care definește stadiul anterior general	T – document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria pe care se	

	bazează invenția
X – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă când documentul este luat în considerație de unul singur	E – document anterior dar publicat la data depozit național reglementar sau după aceasta dată
Y – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe documente de aceeași categorie	D – document menționat în descrierea cererii de brevet
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expoziție sau la orice alte mijloace de divulgare	C – document considerat ca cea mai apropiată soluție
	& – document, care face parte din aceeași familie de brevete
P - document publicat înainte de data de depozit, dar după data priorității invocate	L – document citat cu alte scopuri
Data finalizării documentării 2013.10.28	
Examinator GHIȚU Irina jr.	