



قوه قضائیه

سازمان ثبت اسناد و املاک کشور

کواهی نامه ثبت اختراع



۰۲۴۹۲۱ الف/۸۹

مشخصات مالک:

شیدا آهنی کمانگر (۳۵٪) به شماره ملی ۳۷۳۰۴۳۰۲۸۹ به نشانی کیلومتر ۱۵ اتوبان تهران-کرج، خروجی شماره ۱۵، شهرک پژوهش و فناوری، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران کد پستی ۱۴۹۷۷۱۳۱۱۵ تابعیت جمهوری اسلامی ایران
امیر ارشاد لنگرودی (۳۵٪) به شماره ملی ۲۵۹۴۱۸۵۹۷۳ به نشانی کیلومتر ۱۵ اتوبان تهران-کرج، خروجی شماره ۱۵، شهرک پژوهش و فناوری، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران کد پستی ۱۴۹۷۷۱۳۱۱۵ تابعیت جمهوری اسلامی ایران
پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران (۳۰٪) به نشانی کیلومتر ۱۵ اتوبان تهران-کرج، خروجی شماره ۱۵، شهرک پژوهش و فناوری، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران کد پستی ۱۴۹۷۷۱۳۱۱۵ تابعیت جمهوری اسلامی ایران

مشخصات مخترع:

امیر ارشاد لنگرودی به شماره ملی ۲۵۹۴۱۸۵۹۷۳ به نشانی کیلومتر ۱۵ اتوبان تهران-کرج، خروجی شماره ۱۵، شهرک پژوهش و فناوری، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران کد پستی ۱۴۹۷۷۱۳۱۱۵ تابعیت جمهوری اسلامی ایران
شیدا آهنی کمانگر به شماره ملی ۳۷۳۰۴۳۰۲۸۹ به نشانی کیلومتر ۱۵ اتوبان تهران-کرج، خروجی شماره ۱۵، شهرک پژوهش و فناوری، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران کد پستی ۱۴۹۷۷۱۳۱۱۵ تابعیت جمهوری اسلامی ایران

عنوان اختراع: نانو کامپوزیت اکسید فلز- پلی وینیل پیرولیدون

طبقه بندی بین المللی:

حق تقدم:

شماره و تاریخ اظهار نامه اصلی: محل ثبت:

مدت حمایت: ۲ سال از تاریخ ۱۳۹۱/۰۶/۱۲ تا ۱۴۱۱/۰۶/۱۲	شماره و تاریخ ثبت اظهار نامه: ۱۳۹۱/۰۶/۱۲ - ۱۳۹۱۵۰۱۴۰۰۳۰۴۳۳۴	شماره و تاریخ ثبت اختراع: ۱۳۹۱/۰۸/۲۳ - ۷۷۵۴۶
--	---	--

اداره کل مالکیت صنعتی

مهر داد الیاسی

رئیس اداره ثبت اختراعات

تایخ:

ایضا:

۹۱۹۲۸

* تمام کواهی نامه: توصیف ادعا، خلاصه توصیف و نقشه

* در صورت تعدد مخترعین، مالکین و یا تغییرات مراتب، شرح مندرج در کواهی نامه می باشد.

۱- عنوان اختراع:

ساخت نانو کامپوزیت اکسید فلز- پلی وینیل پیرولیدون

۲- زمینه فنی اختراع

امروزه، کامپوزیتهای حاوی نانوذرات معدنی (ذراتی که حداقل اندازه یکی از ابعاد آن زیر صد نانومتر باشد) به علت خواص نوری، الکترونیکی و قابلیت پخش بهتر، بسیار مورد توجه قرار گرفته است. این اختراع مربوط است به فرایند ساخت نانو ذرات اکسید فلزی اصلاح شده و با خاصیت آبریزی که توزیع بهتر در مواد پلیمری و آلی دارند. ماتریس پلیمری آبریز حاصل به دلیل وجود نانو ذرات اکسید فلزی کاربردهای مختلفی بسته به نوع فلز بکار رفته دارند. که از آنجمله می توان به خواص الکتریکی، نوری و فوتوکاتالیستی نانوذرات دی اکسید تیتانیوم و یا خواص ضد باکتریایی نانو ذرات اکسید روی خواص اشاره کرد.

۳- مشکلات فنی و بیان اهداف

بطور کلی نانو ذرات به علت نسبت سطح به حجم زیاد تمایل به تجمع دارند که این امر مانع اثر بخشی آنها در ماتریس پلیمری می گردد. بعنوان مثال در مورد ذرات دی اکسید تیتانیوم کاربرد و کارایی آنها به شدت تحت تاثیر ساختار بلوری، شکل و اندازه ذرات (و در نتیجه سطح موثر) آن است. این نانو ذرات از بین اکسیدهای فلزی نیمه هادی در کاربردهای فتوکاتالیستی بدلیل خواص ویژه آن از جمله فعالیت فتوکاتالیستی بالا، فعالیت شیمیایی بالا و غیر سمی بودن بیشتر مورد توجه قرار گرفته است. ولی مشکل عمده آنها توزیع دشوار آنها در محیط پلیمر می باشد.

از طرف دیگر نانو ذرات اکسید فلزی عموماً آبدوست بوده و در محیطهای قطبی مثل آب، الکل، حلالها و پلیمرهای قطبی پراکنده می شوند. بنابراین جهت پخش این ذرات در محیطهای آبریز مثل حلال های غیر قطبی و یا پلیمرهای آبریز نیاز به اصلاح سطح نانو ذرات می باشد. عوامل اصلاح سطح مختلفی در مراجع استفاده شده است که علیرغم بهبود خواص، مشکل عمده آنها ایجاد لخته در محیط پراکنش می باشد.

از طرف دیگر مهاجرت به سطح پلیمر توسط نانو ذره سبب عدم یکنواختی برخی خواص مهم پلیمر از جمله خواص مکانیکی یا خواص فتوکاتالیستی بعلت تجمع غیر یکنواخت ذرات می گردد.

در اختراع حاضر با استفاده از عوامل اصلاح سطح مناسب، توزیع نانو ذرات اکسیدفلزی در محیطهای آلی و آبی بهبود یافته و همچنین بدلیل انجام فرایند در محیط آبی از نظر محیط زیستی نسبت به روشهای آلی برای توزیع ذرات ارجحیت داشته و دمای تهیه نانو کامپوزیت نسبتا پایین است. محصول حاصل از این اختراع یک سیستم چند لایه (با حفظ خواص لایه ها) بوده و در مواردی که لازم است از پلیمرهای آلی و ذرات معدنی تواما استفاده گردد (مثلا در اسکفولدهایی که در بدن استفاده میشوند) نیز کاربرد دارد. در این اختراع از منومر و نیز نانو ذرات دارای ماهیت زیست سازگاری استفاده شده است. که تلفیق این دو جزء می تواند به اثرات هم افزایی خواص منجر گردد. با کنترل نسبت اجزاء معدنی به آلی می توان نانو ذرات اصلاح شده سطحی را برای پراکنش بهتر در فرایندهای پلیمریزاسیونی بکار برد

۴- شرح دانش پیشین:

در سالهای اخیر تحقیقات صورت گرفته جهت افزایش خاصیت فتوکاتالیستی استفاده از یک لایه خنثی مثل SiO_2 می باشد بعنوان مثال می توان به استفاده از ترکیب ۱-۳-۵-۷ تترا متیل سیکلوتتراسیلوکسان یا مالئیک انیدرید برای ایجاد لایه SiO_x بر روی ذرات دی اکسید تیتانیوم اشاره کرد. از آنجا که ترکیب حاصل فقط در دماهای خیلی بالا (دمای کلسینه شدن) خواص فتوکاتالیستی بالایی از خود نشان می دهد، بنابراین در محیط آلی قابل استفاده نمی باشد. برای این منظور امروزه مواد هیبریدی آلی-فلزی مورد مطالعه قرار گرفته است.

۵- ارائه راه حل :

در این اختراع جهت رفع مشکلات ذکر شده، برای ساخت نانو کامپوزیت اکسید فلز-پلی وینیل پیرولیدون ابتدا سطح نانو ذرات با یک سازگاز کننده سیلانی اصلاح شده و سپس در شرایط مناسب به همراه منومر وینیل پیرولیدون پلیمریزه می گردد. نانو کامپوزیت فوق نسبت به مواد با کارایی مشابه دارای منومرهایی با

هر دو سر آبدوست و آبگریز می باشد و قابلیت اتصال شیمیایی پایدار با سطح نانو ذرات دیگر را در دماهای نسبتاً پایین داشته و نیز بدلیل ابعاد ریز آنها نحوه اتصال به سطح نانو ذرات آسان است.

مراحل ساخت این نانو کامپوزیت بصورت زیر می باشد:

مرحله اول- اصلاح سطح نانو ذرات

نانو ذرات تیتانات با ساختار بلوری آاناتاز به عنوان یک محصول تجاری از شرکت دگوسا خریداری شد. نانو ذرات فوق با یک عامل سازگار کننده سیلانی مناسب مثل ترکیب گامامتا اکریلوکسی پروپیل تری متوکسی سیلان $3\text{-Metacryloxypropyltrimethoxysilane (TMSM)}$ در محیط آبی تحت اولتراسونیک مخلوط می شود. نسبت های مختلف ۱ تا ۱۰ از اکسید فلز به عامل سازگار کننده استفاده می شود. از یک کاتالیزور اسیدی مانند اسید کلریدریک به عنوان تسریع کننده واکنش آبکافت و چگالش خطی استفاده شد. با افزودن حجم معینی از اسید معدنی و یک الکترولیت مناسب واکنش به مدت چند ساعت بین ۲۴ تا ۶۰ ساعت ادامه می یابد. محصول به دست آمده با حلال مناسب شستشو داده شده و توسط سانتریفوژ جداسازی صورت گرفته و سپس رسوب بدست آمده خشک می گردد.

مرحله ۲- واکنش پلیمریزاسیون

در یک بالن سه دهانه مجهز به همزن مکانیکی، به رسوب خشک شده از مرحله ۱ مقادیر مناسبی از منومر ان وینیل پیرولیدون محلول در آب به همراه آغازگرهای مناسب افزوده و واکنش تحت جو نیتروژن در زمانهای مختلف ۱ تا ۵ ساعت ادامه می یابد. سپس جهت تکمیل واکنش پلیمریزاسیون با افزایش دما ، واکنش به مدت ۱، ۳ و ۵ ساعت ادامه می یابد. محصول بدست آمده با استفاده از یک حلال مناسب رسوبگیری و شستشو داده شده و پس از جداسازی در آون خشک می گردد. برای رسیدن به فرلاسیون بهینه پارامتر های مختلفی از جمله زمان و دمای واکنش، نوع آغازگر و... بررسی شد که برخی از آنها در جدول زیر آمده است.

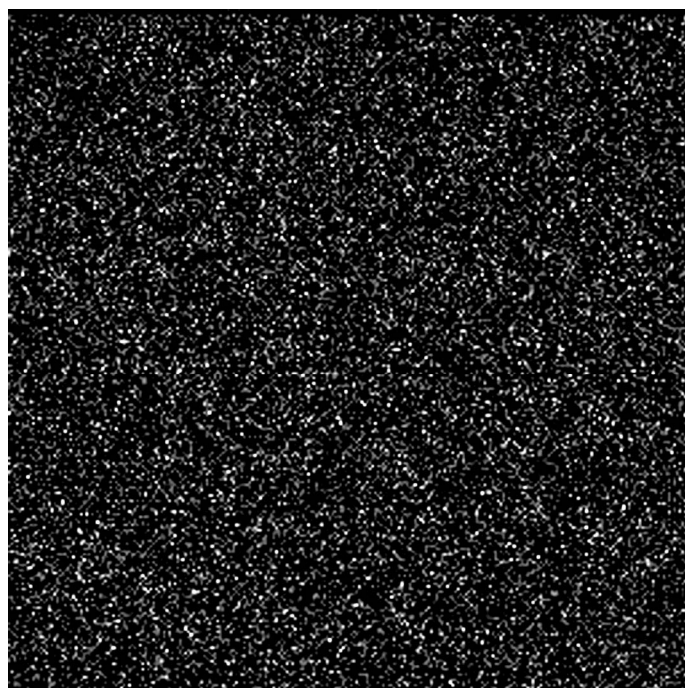
زمان (H)	دما نهایی	آغازگر	مونومر ۲۵٪ در حلال	اکسید فلز اصلاح شده وزن (گرم)
۳	۶۰	KSP ۳%	۲۵	۱
۲-۴	۸۰	KSP ۳%	۲۵	۱
۲-۴	۸۰	KSP %۵	۲۵	۱
۲-۵	۶۰	(H ^۲ O ^۲ /NH ^۳) %۵	۲۵	۱
۲-۴	۸۰	(H ^۲ O ^۲ /NH ^۳) %۵	۲۵	۱

جهت آنالیز محصول بدست آمده از روشهای شناسائی مختلفی از جمله آزمون طیف سنجی مادون قرمز (شناسایی ساختار شیمیایی)، میکروسکوپی الکترونی (SEM) (جهت بررسی پخش یکنواخت ذرات)، آزمون EDX به منظور بررسی نسبت اجزا و ترمال گراویمتری جهت بررسی خواص حرارتی استفاده گردید.

آزمون میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM)

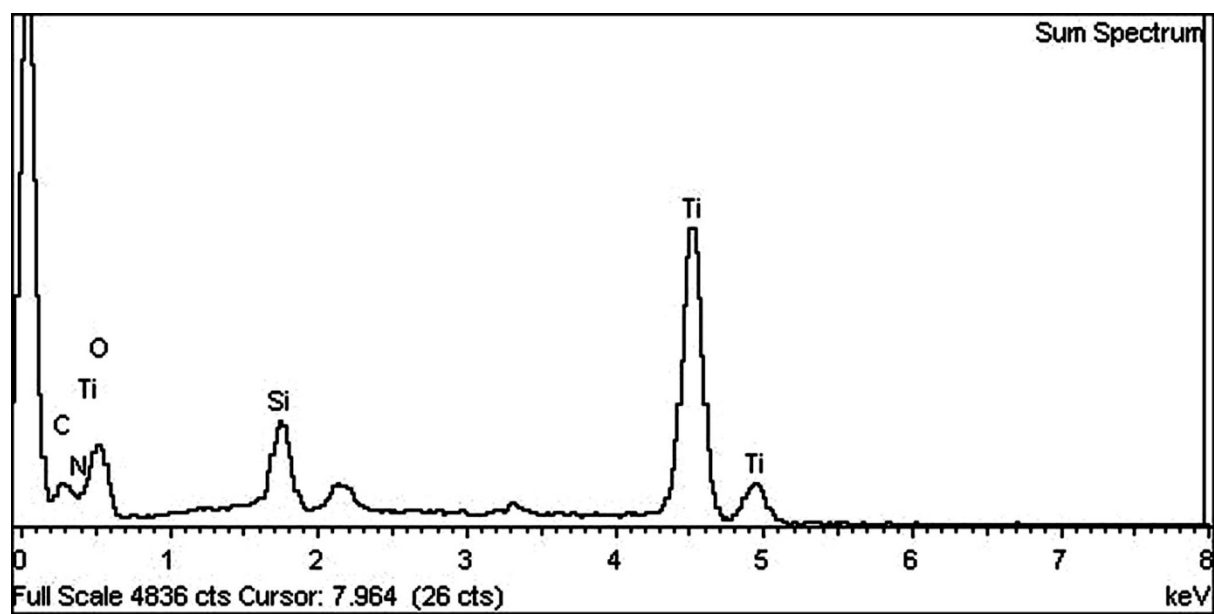
برای بررسی شکل شناسی نانو کامپوزیت از دستگاه میکروسکوپ الکترون روبشی استفاده شد. همچنین برای بررسی و اثبات حضور وجود عنصر تیتانیوم در ساختار پلیمر از آنالیز عنصری نانو کامپوزیت به کمک دستگاه EDX استفاده گردید.

نتایج حاصل از آنالیز عنصری با دستگاه EDX وجود عنصر تیتانیوم و بررسی ساختار نانو کامپوزیت با میکروسکوپ الکترونی روبشی پراکندگی یکنواخت این عناصر را در بالک پلیمر به خوبی نشان می‌دهد. بررسی ساختار نانو کامپوزیت با میکروسکوپ الکترونی عبوری ساختار نانو را در نانو کامپوزیت نشان داده و گویای عدم چسبندگی ذرات آنتاز به یکدیگر می‌باشد. حضور ذرات معدنی آنتاز در ابعاد نانو با خاصیت فتوکاتالیستی در پلی وینیل پیرولیدون و مشتقات آن در ساختار نانو کامپوزیت میتواند با ایجاد اثر هم افزایی و ایجاد خاصیت فتوکاتالیستی باعث بهبود عمل آن گردد همچنین باعث پخش بهتر نانو کامپوزیت حاصل نسبت به ذرات اصلاح نشده در زمینه های پلیمری قطبی گردد.



Ti Ka1

توزیع ذرات آناتاز اصلاح شده در نانو کامپوزیت PVP-Modified TiO_2



طیف آنالیز عنصری در سطح نانو کامپوزیت PVP-Modified TiO_2

۶- مزایای این اختراع

در این اختراع نانو ذرات تیتانات به شکل ساختاری آنتاز اصلاح سطحی شده و با پلی وینیل پیرولیدون کوپلیمر شده است مزایای این اختراع توزیع بهتر نانو ذرات تیتانات در پلیمرها و خواص بهتر کوپلیمر تهیه شده نسبت به پلیمر خالص پلی وینیل پیرولیدون از جمله ایجاد خواص فتوکاتالیستی و افزایش مقاومت حرارتی آن می باشد.

۷- کاربرد

از آنجاییکه پلی وینیل پیرولیدون در حلالهای آلی و آبی قابل حل است و ترکیبات آن به علت زیست سازگار بودن کاربردهای زیادی از جمله در لنزها ، دریچه قلب ، ممبران همودیالیز ، ممبرانهای میکرو ، پروتز چشم ، هیدروژل داربست در مهندسی بافت (hydrogel scaffold for tissue engineering)، ترکیبات دارویی و رها ساز پروتئین و ... دارند تهیه نانو کامپوزیت های حاوی این ترکیب به همراه اکسید فلزی خواص منحصر به فردی در محیط های مختلف مثلا خواص فتوکاتالیستی و یا کاربردهای خاص به دلیل قابلیت فتو رگریشن جنبه های محیط زیستی، تهیه الکترواسپین و..... دارند.

خلاصه اختراع

کامپوزیتهای حاوی نانوذرات معدنی به علت خواص نوری، الکترونیکی و قابلیت پخش بهتر، بسیار مورد توجه قرار گرفته است. ولی این نانو ذرات به علت نسبت سطح به حجم زیاد تمایل به تجمع دارند که این امر مانع اثر بخشی آنها در ماتریس پلیمری می گردد. در این اختراع جهت رفع مشکلات موجود یک نانوکامپوزیت جدید بر پایه ذرات اکسید فلز و پلی وینیل پیرولیدون با کاربردهای جدید و خواص منحصر به فرد نسبت به نمونه های مشابه، طی دو مرحله اصلاح سطح نانو ذرات اکسید فلزی و سپس واکنش پلیمریزاسیون در محیط آبی و دمای نسبتاً پائین تهیه گردید. ماتریس پلیمری آبگریز حاصل به دلیل وجود نانو ذرات اکسید فلزی کاربردهای مختلفی بسته به نوع فلز بکار رفته دارند. که از آنجمله می توان به خواص الکتریکی، نوری و فوتوکاتالیستی نانوذرات دی اکسید تیتانیوم و یا خواص ضد باکتریایی نانو ذرات اکسید روی خواص اشاره کرد.