



BREVET DE INVENTIE

(12)

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: 95-01391

(22) Data de depozit: 28.07.95

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.04.96 BOPI nr. 4/96

(45) Data eliberării și eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 97312

(71) Solicitant: S.C. CERPI S.A. București, RO

(73) Titular: (71)

(72) Inventatori: Bucevski Mircea Dan, Rădulescu Mariana, Neagu Marieta, Brătulescu Victoria, Colț Monica, Albu Eugen, Deselnicu Viorica, RO

Mandatar:

(54) Produs pentru hidrofobizarea pieilor și procedeu de obținere a acestuia

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un produs pentru hidrofobizarea pieilor, constituit din hidrolizat de collagen de masă moleculară medie de 10.000...40.000, ce are 20...40% din grupările aminice libere, modificate cu 2,4-diclor-6-hidroxi-triazină și 30...50% din aceleași grupări funcționale, modificate cu clorura acidă a unui acid gras, ales dintre stearic, palmitic și oleic și la un procedeu de obținere, constând în aceea că, într-o soluție de hidrolizat de collagen cu un conținut în substanța uscată de 10...20% și pH=8...10, se adaugă o cantitate de clorură acidă a unui acid gras, ce reprezintă 30...50% din conținutul de grupări aminice libere, ale polipeptidei, exprimat în moli/g și se agită masa de reacție, timp de 3...5 h, la temperatura ambiantă, se adaugă apoi o cantitate

de sare de sodiu de 2,4-diclor-6-hidroxi-triazină, ce reprezintă 20...40% din conținutul de grupări aminice libere, ale hidrolizatului de collagen, exprimat în moli/g și se continuă agitarea, timp de 1...3 h, la aceeași temperatură, în final, masa de reacție fiind acidulată cu soluție de HCl de concentrație 10%, până se obține un pH=2...4, când are loc precipitarea produsului de reacție, sub forma unui gel elastic, după 24 h de maturare, faza insolubilă se separă prin decantare, se mărunțește și se suspendă în apa acidulată, având pH-ul de precipitare, de trei ori câte 6 h, cu decantare intermediară, faza solidă rezultată fiind amestecată cu o cantitate de soluție de NaOH de concentrație 5...10%, pasta apoasă semitransparentă, formată, având pH=5...7 și viscozitate ridicată.

Revendicări: 2

RO 110830 B1



Invenția se referă la un produs pentru hidrofobizarea pieilor, utilizat în industria pielăriei și la un procedeu de obținere.

Este cunoscut faptul că hidrofobizarea pieilor tăbăcite se realizează cu materiale auxiliare, care blochează pătrunderea apei în piele, prin efect de repulsie generat de valoarea scăzută a tensiunii lor superficiale sau prin efect hidrodinamic indus de către gelul format în spațiul interfibrilar, prin absorbția apei, în primele momente de contact. Pentru îmbunătățirea permanentei acțiunii hidrofobizante este, de asemenea, cunoscut faptul că se utilizează combinații reactive pe bază de crom trivalent, ce permit cuplarea covalent coordinativă cu grupările funcționale ale collagenului din pielea tăbăcită.

Dezavantajele materialelor cu efect repulsiv (inerte sau reactive) constau în aceea că diminuează semnificativ proprietățile igienice ale pieilor finite (permeabilitatea la vaporii de apă și absorbția umidității din încălțăminte), iar a celor cu acțiune hidrodinamică sunt date de valoarea scăzută a permanenței proprietății cauzată de absența unor interacțiuni puternice cu suportul colagenic.

Este cunoscut hidrolizatul de collagen modificat, având greutatea moleculară 8000...80000, care conține 2..8% funcții acil, alese dintre benzoil, ftalil, maleil sau succinil și 0,2...2% clorură de sodiu, obținut prin adăugarea NaOH, încălzirea amestecului, adăugarea unui agent de acilare, corectarea pH-ului și atomizarea soluției, dar care prezintă dezavantajul unui domeniu redus de utilizare.

Problema pe care o rezolvă invenția este stabilirea structurii produsului astfel, încât să se asigure reactivitatea dermei, pentru produsele auxiliare folosite în prelucrarea pieilor.

Produsul pentru hidrofobizarea pieilor, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că este constituit din hidrolizat de collagen, de masa moleculară medie de 10000...40000, ce are 20...40 % din grupurile aminice libere modificate cu 2,4 diclor - 6-hidroxi-triazină și 30...50% din aceleași grupări funcționale modificate cu clorura acidă a unui acid gras, ales dintre acidul stearic, palmitic și oleic.

Procedeul de obținere a produsului pentru hidrofobizarea pieilor, constă în aceea că într-o soluție de hidrolizat de collagen, cu un conținut în substanța uscată de 10...20% și pH=8...10, se adaugă o cantitate de clorură acidă a unui acid gras ce reprezintă 30...50% din conținutul de grupări aminice libere ale polipeptidei, exprimat în moli/g și se agită masa de reacție timp de 3...5 h, la temperatura ambiantă, se adaugă apoi o cantitate de sare de sodiu de 2,4 - diclor - 6-hidroxi-triazina ce reprezintă 20...40% din conținutul de grupări aminice libere ale hidrolizatului de collagen, exprimat în moli/g și se continuă agitarea timp de 1...3 h, la aceeași temperatură, final, masa de reacție fiind acidulată cu soluție de HCL de concentrație 10 % până se obține un pH=2...4, când are loc precipitarea produsului de reacție sub forma unui gel elastic, iar după 24 h de maturare, faza insolubilă se separă prin decantare, se mărunțește și se suspendă în apa acidulată, având pH-ul de precipitare, de trei ori câte 6 h, cu decantare intermediară, faza solidă rezultată fiind amestecată cu o cantitate de soluție de NaOH, de concentrație 5...10%, pasta apoasă semitransparentă formată având pH=5...7 și viscozitate ridicată.

Aplicarea invenției are următoarele avantaje:

- hidrofobizarea pieilor finite se menține pe toată durata de viață a produsului confecționat, ca urmare a formării de legături covalente între collagen și auxiliarul de prelucrare;

- hidrofobizarea este asigurată prin mecanism combinat repulsiv și hidrodinamic;

- în realizarea produsului se folosesc hidrolizate de collagen provenite din deșeuri de piele tăbăcită și netăbăcită;

- reactivii necesari modificării chimice a materialelor proteice sunt indigeni, accesibili;

- transformarea chimică are loc cu randamente mai mari de 85%, nu necesită dotări speciale și nu este consumatoare de energie;

- se realizează o valorificare superioară a deșeurilor proteice din industria de pielărie și a confecțiilor din piele.

În continuare se dau două exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un vas emailat de 5 l, prevăzut cu agitator, se introduc 3 l de soluție de hidrolizat de collagen, de masă moleculară medie de 10000, cu un conținut de substanță uscată de 15% și având un $pH=8$,
 peste care, sub agitare, se adaugă 341 g de clorură de strearil, ce reprezintă 50% din conținutul de grupări aminice libere ale materialului proteic, traptat, timp de 30 min.
 După 5 h de agitare, la temperatura ambiantă, peste masa de reacție se adaugă 85 g de sare de sodiu de 2,4-diclor-6-hidroxi-triazină, reprezentând 20% din conținutul de grupări aminice libere și se continuă reacția timp de 2 h. Final, amestecul se acidulează cu soluția de HCl de concentrație 10%, până la $pH=4$.
 După 24 h de maturare, faza insolubilă se separă de soluția apoasă prin decantare, având o masă de 1867 g, se mărunțește manual și se suspendă în apă cu $pH=4$, reprezentând o flotă de 300%, agitând continuu, timp de 6 h. Soluția rezultată de la spălare se îndepărtează prin decantare. După încă două spălări, gelul purificat se aduce într-un malaxor de laborator, peste care se adaugă treptat, 73 ml de soluție de NaOH, de concentrație 5%, agitând continuu până se formează o pastă semitransparentă de culoare galben-marou, cu $pH=5,9$. Se obțin 1815 g de pastă, cu un conținut în substanța uscată de 43,2% și o viscozitate de 11200 cP.

Exemplul 2. Același procedeu și instalație ca la exemplul 1, cu deosebirea că se folosesc hidrolizat de masă moleculară medie de 40000, sub formă de soluție cu $pH=10$, 122 g de clorură de oleil, reprezentând 30% din conținutul de grupări aminice libere, 101 g de sare de sodiu de 2,4-diclor-6-hidroxi-triazină, reprezentând 40% din conținutul de grupări aminice libere, când rezultă 1746 g de fază insolubilă cu $pH=2$. După amestecare cu 139 ml de soluție de NaOH, de concentrație 10%, se obțin 1884 g de pastă, cu $pH=7$, un conținut în substanța uscată de 38,6% și o

viscozitate de 14600 cP.

Revendicări

1. Produs pentru hidrofobizarea pieilor, **caracterizat prin aceea că** este constituit din hidrolizat de collagen, de masă moleculară medie de 10000...40000, ce are 20...40% din grupările aminice libere modificate cu 2,4-diclor-6-hidroxi-triazină și 30...50% din aceleași grupări funcționale, modificate cu clorura acidă a unui acid gras ales dintre stearic, palmitic și oleic.

2. Procedeu de obținere a produsului, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** într-o soluție de hidrolizat de collagen, cu un conținut în substanța uscată de 10...20% și $pH=8...10$, se adaugă o cantitate de clorură acidă a unui acid gras ce reprezintă 30...50% din conținutul de grupări aminice libere ale polipeptidei, exprimat în moli/g și se agită masa de reacție timp de 3...5 h, la temperatura ambiantă, se adaugă apoi o cantitate de sare de sodiu de 2,4-diclor-6-hidroxi-triazină, ce reprezintă 20...40% din conținutul de grupări aminice libere ale hidrolizatului de collagen, exprimat în moli/g și se continuă agitarea timp de 1...3 h, la aceeași temperatură, în final masa de reacție fiind acidulată cu soluție de HCl de concentrație 10%, până se obține un $pH=2...4$, când are loc precipitarea produsului de reacție sub forma unui gel elastic, după 24 h de maturare, faza insolubilă se separă prin decantare, se mărunțește și se suspendă în apa acidulată, având pH -ul de precipitare, de trei ori câte 6 h, cu decantare intermediară, faza solidă rezultată fiind amestecată cu o cantitate de soluție de NaOH, de concentrație 5...10%, pasta apoasă, semitransparentă, formată, având $pH=5...7$ și viscozitate ridicată.

Președintele comisiei de examinare: **ing. Bădărău Alexei**

Examinator: **ing. Ioanițescu Cezarina**

Grupa 1

Preț lei 1560